

**Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten  
lösungsgeglühter austenitischer (Cr)Mn-Stähle mit C und N**

Von der Fakultät für Ingenieurwissenschaften, Abteilung Maschinenbau und Verfahrenstechnik der  
Universität Duisburg-Essen  
zur Erlangung des akademischen Grades

eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften

Dr.-Ing.

genehmigte Dissertation

von

Michael Arthur Schymura  
aus  
Rybnik

Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. Alfons Fischer  
Univ.-Prof. Dr.-Ing. Sabine Weiß  
Tag der mündlichen Prüfung: 01.09.2017

# Danksagung

Die vorliegende Arbeit ist das Resultat meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstofftechnik des Instituts für Technologien der Metalle der Universität Duisburg-Essen.

Herrn Prof. Dr. A. Fischer danke ich für die Anregung zu dieser Arbeit, zahlreiche sehr wertvolle Diskussionen, das stete Interesse am Fortgang der Arbeit, für die Übernahme des ersten Gutachtens und die unerschöpfliche Geduld.

Frau Prof. Dr. S. Weiß danke ich ebenfalls für zahlreiche sehr Wertvolle Diskussionen, die sehr hilfreiche Unterstützung beim Erlernen der Details zur Orientierungsanalyse und für die Übernahme des zweiten Gutachtens.

Herrn Prof. Dr. B. O. el Moctar danke ich für die Übernahme des Vorsitzes des Promotionsausschusses.

Insbesondere danke ich Herrn Prof. Dr. W. Dudziński für die freundschaftliche Hilfe und Unterstützung bei der Erarbeitung der Präparationsmethoden für die Untersuchungen am Transmissionselektronenmikroskop sowie die sehr wertvolle Diskussion der hier erzielten Ergebnisse.

Allen Mitarbeitern und Studenten des Lehrstuhls, die zum Entstehen der Arbeit beigetragen haben möchte ich herzlich danken. Besonders hervorheben möchte ich in diesem Zusammenhang Herrn P. Nykamp, der unermüdlich die Einsatzbereitschaft der mechanischen Prüfeinrichtungen und des Messequipments gewährleistet hat.

Der Energietechnik Essen GmbH und der Schmolz+Bickenbach AG danke ich für die Bereitstellung der Halbzeuge.

Ich widme diese Arbeit und danke meinen Eltern, die mich stets unterstützen, auf deren Rückhalt ich immer vertrauen kann und die mein Interesse an wissenschaftlicher Arbeit geweckt haben.

Mülheim an der Ruhr, September 2017

Michael Schymura

## Kurzfassung

Austenitische rostfreie Stähle vereinen die Eigenschaften der chemischen Beständigkeit mit guten mechanischen Eigenschaften und werden daher, seit deren erster Entwicklung 1912 in einem weiten Spektrum von Anwendungen eingesetzt. Die weitere Verbesserung der chemischen und mechanischen Eigenschaften wurde durch das Zulegieren von N erreicht. Die Löslichkeit von N bei Normaldruck ist in der Schmelze beschränkt kann jedoch mittels der Substitution von Ni durch Mn bei gleichzeitiger Erschmelzung unter Überdruck erhöht werden. Basierend auf diesen sog. hochstickstofflegierten austenitischen Stählen (AHNS) wurde kürzlich eine neue Gruppe der sog. hochinterstitielllegierten austenitischen Stähle (AHIS) entwickelt. Mit dem Ziel die Erschmelzung bei Überdruck zu umgehen und damit die Fertigungskosten zu senken wird der bei Normaldruck in der Schmelze nicht lösliche N-Anteil durch C substituiert. Die Festigkeit und Duktilität der AHIS im lösungsgeglühten Zustand ist vergleichbar und übersteigt teilweise diejenige der AHNS und kann durch Kaltverfestigung weiter erhöht werden. Die Dauerfestigkeit folgt dieser Tendenz jedoch nicht in dem erwarteten Ausmaß, wie es von austenitischen CrNi(Mo) Stählen her bekannt ist. Dieser Unterschied ist die Folge unterschiedlichen Gleitverhaltens, welches die Folge von Nahordnung und weiterer Nahfeldeffekte ist. Im Rahmen dieser Arbeit werden die quasistatischen im Zugversuch ermittelten sowie die bei totaldehnungskontrollierter Ermüdung ermittelten mechanischen Eigenschaften, die stabile Rissausbreitung und die Bruchzähigkeit von Stählen der drei genannten Gruppen untersucht. Die Unterschiede im Verhalten werden auf Basis der mikrostrukturellen Veränderungen und Unterschiede bzgl. der genannten Belastungsarten diskutiert.

Die Untersuchung der Mikrostruktur erfolgte mittels Lichtmikroskopie, REM inkl. EBSD sowie TEM, vor und nach der mechanischen Belastung.

Die beste Kombination mechanischer Eigenschaften wird bei gleichzeitig hohem interstitiellem Legierungsgehalt von ca. 0,90 Gew.-%<sub>C+N</sub> bis 0,96 Gew.-%<sub>C+N</sub> und hoher Nahordnung erreicht.

## Abstract

Austenitic stainless steels provide a beneficial combination of chemical and mechanical properties and hence have been used in a wide field of applications since the first development in 1912. Further improvement of the chemical and mechanical properties was achieved by Nitrogen alloying. The solubility of N in the melt at ambient pressure is limited but can be improved by substituting Ni with Mn and melting under increased pressure. Based up on the so called austenitic high nitrogen steels (AHNS) recently a new group of so called high interstitial steels (AHIS) was developed. To avoid melting under pressure and hence decrease the production costs, N-content not soluble in the melt under ambient pressure is substituted by certain amounts of C. Strength and ductility of AHIS in the solution annealed state is comparable or even exceeds the one of AHNS and can be further improved by cold working. The endurance limit does not follow this trend to the extent as it is known for cold-worked CrNi(Mo) austenitic steels. This is due to the differences in the slip behaviour depending on short range order and other near field effects. This study presents the tensile, total strain controlled fatigue, crack propagation and fracture toughness properties of austenitic stainless steels from all three groups mentioned above. Further the differences in the behaviour are discussed in relation to microstructural characteristics and their alterations under cyclic loading.

The microstructural investigation was performed by means of light microscopy, SEM including EBSD as well as TEM, prior to and after mechanical testing.

It appears, that a high interstitial content as well as high amount of short range order need to match at the same time in order to achieve the best combination of mechanical properties, which is found at the interstitial content of approximately 0,90 wt.-%<sub>C+N</sub> to 0,96 wt.-%<sub>C+N</sub>.



# Inhaltsverzeichnis

<b>Inhaltsverzeichnis.....</b>	<b>I</b>
<b>I. Abkürzungen.....</b>	<b>III</b>
<b>II. Formelzeichen .....</b>	<b>IV</b>
<b>III. Einheiten.....</b>	<b>VII</b>
<b>1 Einleitung .....</b>	<b>1</b>
1.1 Austenitische Stähle .....	2
1.1.1 Nichtrostende austenitische CrNi- und CrNiMo-Stähle.....	2
1.1.2 Austenitischer MnC- bzw. Hadfield-Stahl .....	3
1.1.3 Nichtrostende austenitische CrMnN-Stähle .....	4
1.1.4 Nichtrostende austenitische CrMnCN-Stähle .....	5
1.2 Zeitlich veränderliche mechanische Beanspruchung .....	6
1.2.1 Ermüdung .....	6
1.2.2 Rissausbreitung .....	9
1.3 Ziel der Arbeit .....	11
<b>2 Versuchsdurchführung .....</b>	<b>13</b>
2.1 Versuchswerkstoffe .....	13
2.2 Mechanische Untersuchungen .....	13
2.2.1 Verwendete Probengeometrien und Probenvorbereitung .....	13
2.2.2 Zugversuche .....	14
2.2.3 Totaldehnungskontrollierte axiale Zug-Druck Wechselversuche .....	15
2.2.4 Messung der Ausbreitungsgeschwindigkeit von Ermüdungsrissen .....	16
2.2.5 Messung der Bruchzähigkeit.....	17
2.3 Metallographie.....	18
2.3.1 Probenauswahl .....	18
2.3.2 Lichtmikroskopie .....	19
2.3.3 Rasterelektronenmikroskopie.....	20
2.3.4 Härtemessung .....	22
2.3.5 Transmissionselektronenmikroskopie.....	22
<b>3 Ergebnisse.....</b>	<b>25</b>
3.1 Mikrostruktur der lösungsgeglühten Ausgangszustände .....	25

---

3.2	Zugversuche.....	26
3.2.1	Quasistatisches Verhalten der untersuchten Werkstoffe .....	26
3.2.2	Verfestigungsverhalten der untersuchten Werkstoffe im Zugversuch .....	27
3.3	Totaldehnungskontrollierte Ermüdung.....	28
3.3.1	Entwicklung der Spannungsamplituden unter zyklischer Belastung .....	29
3.3.2	Beschreibung des zyklischen Werkstoffverhaltens mittels der Modelle nach Morrow und Ramberg-Osgood.....	30
3.3.3	Zyklisches Spannung-Dehnung-Verhalten der untersuchten Werkstoffe .....	33
3.4	Stabile Rissausbreitung und Bestimmung der Bruchzähigkeit.....	33
3.4.1	Stabiles Rissausbreitungsverhalten .....	33
3.4.2	Vorläufige Bruchzähigkeit - $K_Q$ .....	35
<b>4</b>	<b>Diskussion.....</b>	<b>36</b>
4.1	Quasistatische Verformung .....	36
4.2	Ermüdung .....	44
4.3	Rissausbreitung.....	56
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick .....</b>	<b>64</b>
5.1	Zusammenfassung .....	64
5.2	Ausblick.....	66
<b>6</b>	<b>Tabellen .....</b>	<b>67</b>
<b>7</b>	<b>Abbildungen .....</b>	<b>80</b>
<b>8</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>173</b>

## I. Abkürzungen

AISI	- American Iron and Steel Institute
BSE	- Rückstreuelektronen (engl.: <b>backscattered electrons</b> )
CarNit	- Mit Kohlenstoff und Stickstoff legierter austenitischer nichtrostender Stahl (engl.: Kohlenstoff $\triangleq$ <b>Carbon</b> , Stickstoff $\triangleq$ <b>Nitrogen</b> )
CCD	- CCD-Chip (engl. <b>charge-coupled device</b> )
CESR	- Eigendrehimpulsresonanz der Leitungselektronen (engl.: <b>conduction electron spin resonance</b> )
CNC	- Rechnergestützte numerische Steuerung (engl.: <b>computerized numerical control</b> )
CT	- engl. <b>compact tension</b>
DESU	- <b>Druckelektroschlackeumschmelzen</b>
DMS	- <b>Dehnungsmessstreifen</b>
EBSD	- Rückstreuelektronenbeugung (engl.: <b>electron backscatter diffraction</b> )
EDS	- <b>energie dispersive Röntgenspektroskopie</b>
ESU	- <b>Elektroschlackeumschmelzen</b>
GOS	- <b>Grain Orientation Spread</b>
hdp	- <b>Hexagonal dichtestgepackt</b>
IPF	- <b>inverse Polfigur</b>
IQ	- Qualität der Kikuchi-Pattern (bzw. <b>image quality</b> )
KAM	- <b>Kernel Average Misorientation</b> (deutsch: lokale Missorientierung)
kfz	- <b>Kubischflächenzentriert</b>
KG	- <b>Korngröße</b>
krz	- <b>Kubischraumzentriert</b>
LEBM	- <b>linear elastische Bruchmechanik</b>
MARC	- Wirksumme gegen Lochfraß (engl.: <b>measure of alloying resistance to corrosion</b> )
PE	- <b>Primärelektronen / Primärelektronenstrahl</b>
PREN	- Wirksumme gegen Lochfraß (engl.: <b>pitting resistance equivalence number</b> )
RD	- Walzrichtung der Probe (engl.: <b>rolling direction</b> ), hier Verformungsrichtung der Probe, also parallel zur Probenachse
REM	- <b>Rasterelektronenmikroskop / Rasterelektronenmikroskopie</b>
SAD	- Feinbereichsbeugung (engl.: <b>selected area diffraction</b> )
SDD	- <b>Siliziumdriftdetektor</b>
SE	- <b>Sekundärelektronen</b>
SRO	- Nahordnung (engl.: <b>short range order</b> )
SSP	- <b>Schwingspiel</b> (bzw. Lastwechsel)
SW	- <b>Schrittweite</b>
TEM	- <b>Transmissionselektronenmikroskop / Transmissionselektronenmikroskopie</b>
TRIP	- engl. <b>transformation induced plasticity</b>
trz	- <b>Tetragonalraumzentriert</b>
TWIP	- engl. <b>twinning induced plasticity</b>
XRD	- Röntgendiffraktometrie (engl.: <b>X-ray diffraction</b> )

## II. Formelzeichen

$\emptyset$	- Durchmesser
$a$	- Risslänge
$A$	- 1. Korrekturparameter („virtuelle“ Anfangsmesslänge) - 2. Bruchdehnung
$A_g$	- Gleichmaßdehnung
$b$	- zyklischer Schwingfestigkeits- bzw. <i>Basquin</i> -Exponent
$B$	- 1. Korrekturparameter - 2. Breite der CT-Probe
$c$	- zyklischer Duktilitäts- bzw. <i>Coffin-Manson</i> -Exponent
$C$	- <i>Paris-Erdogan</i> -Koeffizient
$Cr_{\dot{A}q}$	- Chromäquivalent
$d$	- Korngröße in mm
$d_{ASTM}$	- Korngröße nach ASTM E 112
$E$	- Elastizitätsmodul $f$
$f$	- Frequenz
$F$	- Kraft
$F_Q$	- zur Bestimmung der vorläufigen Bruchzähigkeit verwendete Kraft
$H$	- Höhe des $i$ -ten Maximums eines Patterns im Hough-Raum
$IQ_{HT}$	- mittlere Höhe der im Hough-Raum identifizierten Maxima eines Patterns
$k_2$	- Verfestigungskoeffizient 2. Ordnung nach <i>Soussan et al.</i>
$K'$	- zyklischer Verfestigungskoeffizient nach <i>Ramberg</i> und <i>Osgood</i>
$K_1$	- Verfestigungskoeffizient 1. Ordnung nach <i>Soussan et al.</i>
$K_I$	- Spannungsintensität im Mode I
$K_{IC}$	- Bruchzähigkeit
$K_{\max}$	- maximale Spannungsintensität (hier im Mode I)
$K_Q$	- vorläufige Bruchzähigkeit
$L_0$	- Ausgangslänge der Zugprobe
$m$	- <i>Paris-Erdogan</i> -Exponent
$M_{d30}$	- Temperatur bei der eine verformungsinduzierte Phasenumwandlung von 50 % $\gamma$ -Fe zu $\alpha'$ -Fe als Folge einer Kaltverformung von 30 % wahrer Dehnung stattfindet
$M_S$	- Martensitstarttemperatur
$n$	- natürliche Zahl
$n'$	- zyklischer Verfestigungsexponent nach <i>Ramberg</i> und <i>Osgood</i>
$n_1$	- Verfestigungsexponent 1. Ordnung nach <i>Soussan et al.</i>
$n_2$	- Verfestigungsexponent 2. Ordnung nach <i>Soussan et al.</i>
$n_{BNM}$	- Anzahl der betrachteten Nachbarmesspunkte eines Messpunktes im EBSD - Mapping
$N$	- 1. Anzahl der identifizierten Maxima im Hough-Raum - 2. Anzahl der Messpunkte innerhalb eines Kornes - 3. Lastspielzahl

$N_B$	- Bruchlastspielzahl
$Ni_{\ddot{A}q}$	- Nickeläquivalent
$P_{B50\%}$	- Bruchwahrscheinlichkeit von 50%
$r_{pl}$	- plastische Zone bei monotoner Beanspruchung
$r'_{pl}$	- zyklische plastische Zone bei zyklischer Beanspruchung
$r''_{pl}$	- monotone plastische Zone bei zyklischer Beanspruchung
$R$	- ganze Zahl zwischen 1 und 10
$R_\varepsilon$	- Dehnungsverhältnis, $= \varepsilon_u / \varepsilon_o$
$R_F$	- Kraftverhältnis, $= F_u / F_o$
$R_o$	- Oberkraft
$R_m$	- Zugfestigkeit
$R_{p0.2}$	- Streckgrenze
$R_u$	- Unterkraft
$R_\sigma$	- Spannungsverhältnis, $= \sigma_u / \sigma_o$
$S_0$	- Querschnittsfläche einer Zugprobe im Ausgangszustand
$V$	- Volumen des verformten Bereiches einer Zugprobe
$W$	- 1. Länge der CT-Probe ab Krafteinleitungssachse bis zum Probenende - 2. Arbeit, hier Verformungsarbeit
$W_{MARC}$	MARC - Wirksumme gegen Lochfraß
$W_{PREN}$	PREN - Wirksumme gegen Lochfraß
$W_s$	- Bruchenergie
$x_{0,trav}$	- Anfangstraversenposition
$x_{trav}$	- aktuelle Traversenposition
$Y(a/W)$	- von Riss- und Probenlänge und Belastungsart abhängiger Geometriekorrekturfaktor
$y_0$	- halber Klemmenabstand zur Abnahme des Potentials an der CT-Probe
$Z$	- Brucheinschnürung
$\alpha'$	- Kurzzeichen für die tetragonalraumzentrierte Phase des Eisens
$\gamma$	- Kurzzeichen für die kubischflächenzentrierte Phase des Eisens
$\gamma_{SFE}$	- Stapelfehlerenergie
$\delta$	- Kurzzeichen für die kubischraumzentrierte Hochtemperaturphase des Eisens
$\Delta K$	- Spannungsintensitätsschwingbreite (hier im Mode I)
$\Delta K_{IC}$	- kritische Spannungsintensitätsschwingbreite
$\Delta K_{th}$	- Schwellwert der Spannungsintensitätsschwingbreite, ab dem stabiles Risswachstum messbar ist (hier im Mode I)
$\Delta K_Q$	- vorläufige zyklische Bruchzähigkeit
$\Delta L$	- Verlängerung einer Zugprobe
$\Delta L_{max}$	- die Länge einer Zugprobe bei Bruch inkl. des elastischen Verformungsanteils
$\Delta \theta_{GOS}$	- mittlere Missorientierung der Messpunkte eines als Korn identifizierten Bereiches zur mittleren kristallographischen Orientierung dieses Bereiches
$\Delta \theta_{KAM}$	- Kernel Average Misorientation
$\Delta \theta(P_0, P_i)$	- Missorientierung zwischen dem Mittelpunkt $P_0$ und einem Nachbarpunkt $P_i$

---

$\Delta\theta(P_\mu, P_i)$	- Missorientierung zwischen einem gedachten Punkt $P_\mu$ mit der mittleren kristallographischen Orientierung und einem beliebigen Messpunkt $P_i$ innerhalb desselben Korns
$\Delta\sigma_\infty$	- Spannungsschwingbreite im Restquerschnitt ( $B \cdot (W - a)$ ) der CT-Probe
$\varepsilon$	- Kurzzeichen für die hexagonal dichtestgepackte Phase des Eisens
$\varepsilon'_f$	- zyklischer Duktilitäts- bzw. <i>Coffin-Manson</i> -Koeffizient
$\varepsilon_{a,el}$	- elastische Dehnungsamplitude
$\varepsilon_{a,pl}$	- plastische Dehnungsamplitude
$\varepsilon_{a,t}$	- Totaldehnungsamplitude
$\varepsilon_o$	- Oberdehnung
$\varepsilon_{res,t}$	- resultierende Totaldehnung
$\varepsilon_t$	- technische Dehnung
$\varepsilon_u$	- Unterdehnung
$\theta_{HR}$	- Winkel zwischen Normalenvektor und x-Achse im Hough-Raum
$\nu$	- Poissonzahl (auch Querkontraktionszahl $\approx 0,3$ für Stahl)
$\rho_{ec}$	- Dichte der freien Elektronen
$\rho_{HR}$	- Normalenvektor im Hough-Raum
$\sigma'_f$	- zyklischer Schwingfestigkeits- bzw. <i>Basquin</i> -Koeffizient
$\sigma_a$	- Spannungsamplitude
$\sigma_{a,Ri}$	- Spannungsamplitude bei Rissinitiierung
$\sigma_D$	- Dauerfestigkeit (genauer Zug-Druck-Wechselspannungsfestigkeit bei $2 \cdot 10^6$ SSP)
$\sigma_n$	- Nennspannung,
$\sigma_w$	- wahre Spannung
$\sigma_\infty$	- Spannung im Restquerschnitt ( $B \cdot (W - a)$ ) der CT-Probe
$\varphi$	- wahre Bruchdehnung

### III. Einheiten

°	- Grad (Maßeinheit für Winkel)
°C	- Grad Celsius
%	- Prozent
Å	- Angström, $1 \text{ Å} = 10^{-4} \mu\text{m}$
bar	- Bar
cm <sup>3</sup>	- Kubikzentimeter, $1 \text{ cm}^3 = 1 \text{ ml}$
eV	- Elektronenvolt
Gew.-%	- Gewichtsprozent
Hz	- Hertz
HV 0,2	- Mittels einer Prüfkraft von 1,961 N ermittelte Härte nach Vickers
HV 10	- Mittels einer Prüfkraft von 98,07 N ermittelte Härte nach Vickers
J	- Joule
K	- Grad Kelvin
kN	- Kilonewton
kV	- Kilovolt
m	- Meter
m <sup>2</sup>	- Quadratmeter
min	- Minute
mJ	- Millijoule
ml	- Milliliter
mm	- Millimeter
mm <sup>3</sup>	- Kubikmillimeter
MPa	- Megapascal ( $1 \text{ MPa} = 1 \text{ N/mm}^2$ )
Mt	- Megatonne (1.000.000 Tonnen)
N	- Newton
nA	- Nanoampere
nm	- Nanometer
s	- Sekunde
t	- Tonne(n)
V	- Volt
μm	- Mikrometer

## 1 Einleitung

Korrosionsbeständige Stähle gewinnen seit der Anmeldung des Patentes zur „Herstellung von Gegenständen [...], die hohe Widerstandskraft gegen Korrosion erfordern...“ [1] im Jahr 1912 durch die *Friedrich Krupp AG* aus Essen stets weiter an Bedeutung (Abbildung 1). Das *International Stainless Steel Forum* benennt die erbrachte Schmelzleistung an rostfreien Stählen im Jahr 2015 mit  $41,5 \cdot 10^6$  t. Die mittlere Produktionsmengensteigerung pro Jahr beträgt 5,8 % [2]. Das Produktspektrum reicht von martensitischen über ferritische, ferritisch-austenitische (duplex) bis zu austenitischen Güten mit einer breiten Varianz an spezifischen Eigenschaften (Abbildung 2). Den austenitischen Güten kommt eine besondere Bedeutung zu, da diese mit ca. 60 % bis 80 % den Großteil des Liefervolumens der herstellenden Unternehmen ausmachen (Abbildung 3) [3]. Das Einsatzspektrum austenitischer, rostfreier Stähle ist sehr breit. Als einige wenige Beispiele seien die Bereiche der Haushaltstechnik, der Lebensmittelverarbeitung, der Herstellung von Medikamenten, der chemischen Prozessindustrie, der Gas- und Ölförderung, der Bereich Automotive, sowie die Verwendung als Implantate genannt.

Zur Erhöhung der Austenitstabilität und Festigkeit der austenitischen CrNi(Mo)-Stähle eignen sich grundsätzlich die beiden Legierungselemente Kohlenstoff und Stickstoff. Bevorzugt wird jedoch der Stickstoff [4]. Die Löslichkeit von Stickstoff in der Stahlschmelze ist aber beschränkt. Negativ wirkt sich hier unter anderem das ebenfalls zur Einstellung des austenitischen Gitters üblicherweise eingesetzte Element Nickel aus, das zur Einstellung der austenitischen Matrix und gleichzeitigen Erhöhung der Stickstofflöslichkeit durch Mangan substituiert werden kann. Die so erzeugten hochfesten, austenitischen CrMnN-Stähle weisen sich durch hervorragende Korrosionseigenschaften bei gleichzeitig hoher Festigkeit, Verschleißbeständigkeit und Duktilität aus [5]. Die Substitution von Nickel durch Mangan bietet zudem einen wirtschaftlichen Vorteil, da es sich bei Nickel um ein Legierungselement mit einem hohen Legierungszuschlag handelt. Das Zulegieren von Stickstoff ist jedoch auch in den CrMn-Stählen bei Normaldruck auf 0,6 Gew.-%<sub>N</sub> beschränkt [5]. Darüber hinaus ist der Einsatz komplexer Techniken, wie z.B. des Druckelektroschlackeumschmelzens (DESU) erforderlich, was zu steigenden Kosten führt und die Möglichkeiten zur Bauteilherstellung einschränkt.

Als Folge ist die Entwicklung sog. hochinterstitiell legierter austenitischer Stähle initiiert worden, die bei Normaldruck gießbar sind. Der Legierungsanteil an Stickstoff über 0,6 Gew.-% wird dabei mit Kohlenstoff substituiert [6-10].



## 1.1 Austenitische Stähle

### 1.1.1 Nichtrostende austenitische CrNi- und CrNiMo-Stähle

CrNi- und CrNiMo-Stähle bilden gemeinsam die Gruppe der am häufigsten verwendeten nichtrostenden austenitischen Stähle [3, 11].

In Verbindung mit Chrom wirkt das Element Nickel stabilisierend auf die  $\gamma$ -Fe Phase, ab bestimmten Gehalten sogar bis zur Raumtemperatur. Industriell genutzte Legierungen enthalten jedoch weitere Legierungselemente, welche die Phasengleichgewichte beeinflussen. Ferritbildner, wie z.B. Silizium und Molybdän, stabilisieren beim Abschrecken einen gewissen Teil an Ferrit, so dass das Gefüge der Stähle in Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung nicht vollständig austenitisch erstarrt.

Eine Abschätzung der Gitterstruktur nach rascher Abkühlung anhand der chemischen Zusammensetzung ist innerhalb gewisser Grenzen mittels der Lage im Schaefflerdiagramm möglich [12]. Zur Bestimmung der Lage werden mittels der Gewichtsanteile der Legierungselemente das Cr- und Ni-Äquivalent berechnet:

$$Cr_{\text{Äq.Schaeffler}} = Cr + 1,4Mo + 0,5Nb + 1,5Si + 2Ti \quad (1)$$

$$Ni_{\text{Äq.Schaeffler}} = Ni + 30C + 0,5Mn + 30N_2 \quad (2)$$

Es wird ersichtlich, dass bei einem Cr-Äquivalent von ca. 18 Gew.-% zur Sicherstellung einer voll austenitischen Erstarrung ein minimales Ni-Äquivalent erforderlich ist. Weiterhin ist erkennbar, dass CrNi-Stähle vom Typ AISI 304(L) (1.4301 und 1.4307) bzw. stabilisierte Varianten, wie z.B. AISI 321 (1.4541) und AISI 348 bei rascher Erstarrung als Folge der chemischen Zusammensetzung ein mehrphasiges Gefüge aufweisen können. Anhand der Gewichtsanteile der Legierungselemente mittels durch *Angel* [13] und *Nohara et al.* [14] empirisch ermittelter Zusammenhänge ist die Abschätzung der Neigung der Werkstoffe zur verformungsinduzierten Phasenumwandlung möglich. Als Maß dient hier die sog.  $M_{d30}$ -Temperatur, bei der 50 % martensitisches Gefüge bei einem Umformgrad von 30 % im Werkstoff erzeugt werden:

$$M_{d30.Angel} = 413 - 462(C + N) - 9,2Si - 8,1Mn - 13,7Cr - 9,5Ni - 18,5Mo \quad (3)$$

$$M_{d30.Nohara} = 551 - 462(C + N) - 9,2Si - 8,1Mn - 13,7Cr - 29Ni - 18,5Mo - 29Cu - 68Nb - 1,42d_{ASTM} - 8 \quad (4)$$

Obwohl austenitische CrNi-Stähle bereits über eine gute Korrosionsbeständigkeit verfügen, ist diese für viele Anwendungen nicht ausreichend. Anhand der Wirksumme gegen Lochfraß ( $W_S$ , PREN), die sich aus dem jeweiligen Elementgehalt in Gew.-% zu

$$W_{PREN} = Cr + 3,3Mo + (16 \text{ bis } 30)N \quad (5)$$

ergibt, ist erkennbar, dass das Zulegieren von Mo- und N- zur Steigerung der Korrosionsbeständigkeit führt. Beim Zulegieren von Mo wird üblicherweise der Cr-Gehalt etwas abgesenkt, da Mo in der PREN ca. dreimal stärker wirkt und so der erforderliche Ni-Gehalt zur Stabilisierung der  $\gamma$ -Fe-Phase minimal gehalten werden kann, was aufgrund der Ni-Kosten erforderlich ist. In Abhängigkeit vom Ni-Äquivalent finden sich auch im Gefüge dieser Stähle vom Typ AISI 316(L) noch ferritische Anteile.

Neben den substituierend in der Werkstoffmatrix gelösten Legierungselementen tragen die interstitiell gelösten Elemente Kohlenstoff und Stickstoff wesentlich zur Stabilisierung der  $\gamma$ -Fe-Phase bei. Gleichzeitig ist deren immenser Einfluss auf die Streckgrenze und Zugfestigkeit der austenitischen Werkstoffe hervorzuheben. Nach *Irvine* [15] bestehen die folgenden Zusammenhänge zwischen der Streckgrenze  $R_{p0.2}$  sowie der Zugfestigkeit  $R_m$  in MPa und dem Elementgehalt in Gew.-%:

$$R_{p0.2} = 63,5 + 496N + 356,5C + 20,1Si + 3,7Cr + 14,6Mo + 18,6V + 4,5W + 40,3Nb + 26,3Ti + 12,7Al + 2,5\delta + 7,1d^{-0,5} \quad (6)$$

$$R_m = 449,5 + 852,5N + 542,5C + 37,2Si - 1,5Ni + 18,6Mo + 77,5Nb + 46,5Ti + 18,6Al + 2,2\delta + 7,1t^{-0,5} \quad (7)$$

Dabei sind,  $\delta$  - der  $\delta$ -Fe-Gehalt in Vol.-%,  $d$  - die Korngröße in mm und  $t$  - die Anzahl der Zwillinge pro Korn. Ein weiterer Ansatz nach *Vogt et al.* [16] führt zu vergleichbaren Ergebnissen.

Die genannten Zusammenhänge gelten nur dann, wenn die Elemente im Mischkristall gelöst sind. Die industrielle Praxis zeigt jedoch, dass C in CrNi(Mo)-Stählen durch dessen hohe Affinität zu Cr zur Bildung von Karbidausscheidung vom Typ  $M_{23}C_6$  auf den Korngrenzen führt, was den Widerstand gegen interkristalline Korrosion wesentlich absenkt. Die Folge ist ein weitestgehender Verzicht auf C als Legierungselement, was zur niedrigen Festigkeit der CrNi(Mo)-Stähle führt [5].

Obwohl Stickstoff mit den Substitutionsatomen Nitride bilden kann, scheinen diese Reaktionen träger abzulaufen. Vielmehr führt das Zulegieren von Stickstoff zur Erhöhung der  $\gamma$ -Fe-Stabilität, Verzögerung der Karbidbildung, Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit und Verbesserung der mechanischen Eigenschaften [5]. Letzteres trifft neben den quasistatischen auch auf die zyklischen Eigenschaften zu, wie durch diverse Untersuchungen gezeigt werden konnte [16-18]. Bzgl. der Mikrostrukturentwicklung bei zyklischer Belastung führt das Zulegieren von Stickstoff zur Ausbildung planarer Strukturen, die im engen Zusammenhang zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften stehen (Abbildung 4) [16-18].

Die Löslichkeit von Kohlen- und Stickstoff in der  $\gamma$ -Fe-Phase sinkt jedoch mit steigendem Ni-Gehalt [5].

### 1.1.2 Austenitischer MnC- bzw. Hadfield-Stahl

Obwohl Kohlenstoff in CrNi(Mo)-Stählen vermieden wird, werden industriell auch austenitische Stähle mit hohen Kohlenstoffgehalten eingesetzt. Analog zur Stabilisierung der  $\gamma$ -Fe-Phase durch Erhöhung des Ni-Äquivalents in CrNi(Mo)-Stählen, wird die  $\gamma$ -Fe-Phase im System Fe-Mn-C bei Raumtemperatur in Abhängigkeit vom Mangan und Kohlenstoffgehalt, durch die Verschiebung der  $M_s$ -Temperatur unter die Raumtemperatur, stabilisiert. Das bekannteste Beispiel ist der Manganhartstahl, der nach seinem Erfinder, Sir Robert Hadfield, auch Hadfield-Stahl genannt wird [19].

Die Mn- und C-Gehalte des 1882 entwickelten original Hadfield-Stahls betragen 1,2 Gew.-%<sub>C</sub> und 12 Gew.-%<sub>Mn</sub>. Der Stahl ist paramagnetisch und mittels Lichtbogenschweißen bei Verwendung eines Zusatzwerkstoffes mit gewissen Einschränkungen schweißbar [20].

Vorteilhaft sind die gute Kombination von Kerbschlagzähigkeit, Kaltverfestigungspotential und Duktilität. Die Streckgrenze ist gegenüber den CrNi(Mo)-Stählen etwas erhöht. Der Stahl wird eingesetzt, wenn ein hoher Widerstand gegen Abrasion erforderlich ist [20].

Während der hohe Mn-Gehalt des Hadfield-Stahls für die hervorragende Löslichkeit des Kohlenstoffes verantwortlich ist, hat erster auf die mechanischen Eigenschaften keinen wesentlichen Einfluss. Diese werden hauptsächlich durch den C-Gehalt eingestellt, so dass heute verschiedene Variationen der Stahls verwendet werden. Die maximale Duktilität und Zugfestigkeit der Stahlgruppe wird jedoch bei 1,2 Gew.-%<sub>C</sub> erreicht. Die Streckgrenze kann bis 1,7 Gew.-%<sub>C</sub> weiter ansteigen. Über 1,1 Gew.-%<sub>C</sub> können aufgrund der Übersättigung mit Kohlenstoff Karbide auftreten, die bevorzugt bei C-Gehalten über 1,4 Gew.-% an Korngrenzen ausgeschieden werden. Legierungen dieser Art werden daher kaum genutzt, da hier die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung wesentlich niedrigere Werte aufweisen [20].

Da das Zulegieren eines für Korrosionsbeständigkeit erforderlichen Anteils an Chrom zur Bildung von Ausscheidungen führen würde und weiterhin die Phasengleichgewichte verschiebt, ist der Hadfield-Stahl nicht korrosionsbeständig [19, 20].

### 1.1.3 Nichtrostende austenitische CrMnN-Stähle

In Folge der positiven Wirkung des Stickstoffes auf die mechanischen Eigenschaften der austenitischen Stähle sind hochstickstoffhaltige Stähle entwickelt worden.

Zum Erreichen eines maximalen Stickstoffgehaltes in der Schmelze ist zu beachten, dass die Elemente Cu, Co, Ni, Al, Si, C, N die Löslichkeit des Stickstoffes herabsetzen, während die Elemente W, Mo, Mn, Cr, Nb, V und Ti, dessen Löslichkeit erhöhen. Nb, V und Ti bilden mit Stickstoff jedoch bevorzugt Nitride, so dass diese als löslichkeitssteigernde Elemente nicht genutzt werden [5].

Abweichend zum o.g. ist der Kohlenstoff in der durch *Kowada et al.* in [21] genannten Regel zur Abschätzung der Stickstofflöslichkeit in der Schmelze bei Normaldruck mit einem, im Vergleich zum Mn und Mo hohen, positiven, also löslichkeitsfördernden, Faktor genannt:

$$N = 0,067Cr + 0,0195Mn + 0,04Mo + 0,121V + 0,03C - 0,024Ni - 0,35Nb - 0,0035Cu - 1,5 \quad (8)$$

Die Entwicklung hochstickstoffhaltiger Stähle erweist sich damit im System Fe-Cr-Mn als sehr vorteilhaft, da das Zulegieren von Cr eine gute Korrosionsbeständigkeit erlaubt, die durch das Zulegieren von Mo noch weiter gesteigert werden kann.

Auch für CrMnN-Stähle ist eine Abschätzung der Gitterstruktur bei rascher Erstarrung mittels eines nach *Khueh et al.* [22] abgewandelten Schaefflerdiagramms möglich. Eine aktuelle Untersuchung von *Lee et al.* [23] empfiehlt jedoch die Verwendung des folgenden und gegenüber den von *Khueh et al.* genannten leicht abweichenden Cr- und Ni-Äquivalentes:

$$Cr_{Äq.Khueh/Lee} = Cr + 1,5Mo + 1,75Nb + 2Si + 1,5Ti + 0,75W + 3,5Al \quad (9)$$

$$Ni_{Äq.Khueh/Lee} = Ni + 30C + 0,5Mn + 25N + Co + 0,5Mn + 0,3Cu \quad (10)$$

Bei den meisten der stickstofflöslichkeitssteigernden Elemente handelt es sich demnach um Ferritbildner. Eine Schwierigkeit des Zulegiens von Stickstoff besteht in der zumindest teilweise ferritischen Primärerstarrung der austenitischen CrMn-Stähle. Obwohl die Löslichkeit von Stickstoff mit abnehmender Temperatur in Abhängigkeit von der chemischen

Zusammensetzung bereits in der Schmelze zunimmt und die austenitische Phase gegenüber der Flüssigphase eine noch höhere Löslichkeit für Stickstoff bietet, ist letztere in der ferritischen Phase gegenüber der Flüssigphase stark herabgesetzt, so dass unter Normaldruck nur bestimmte Legierungszusammensetzungen zur Erzeugung hochstickstofflegierter Stähle genutzt werden können [5].

Beim Stahl 18Cr-18Mn-0,6N wird durch die Legierungszusammensetzung bedingt ein Stickstoffgehalt von 0,6 Gew.-%<sub>N</sub> erreicht und die Streckgrenze auf über 500 MPa bei einer Zugfestigkeit von ca. 900 MPa erhöht. Der Werkstoff verfügt über eine für austenitische Güten typische Bruchzähigkeit sowie eine sehr gute Kerbschlag- und Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur. Weiterhin ist aufgrund des Kaltverfestigungspotentials eine gute Beständigkeit gegenüber abrasivem Verschleiß feststellbar. Durch weiteres Zulegieren von Cr und Mn kann die N-Löslichkeit weiter gesteigert werden, was jedoch zur Verkleinerung des Austenitbereiches und zur Verschiebung der Bereiche mit Nitridausscheidung zu höheren Temperaturen führt. Ab einem Anteil von 1 Gew.-%<sub>N</sub> ist für die bei Normaldruck erzeugten austenitischen Stähle eine Abnahme der Duktilität feststellbar [5].

Das Zulegieren von Stickstoff im Bereich > 0,6 Gew.-% bei Cr- und Mn-Gehalten, die einen für eine unkomplizierte Wärmebehandlung großen Austenitbereich und die Herabsetzung der Starttemperatur für Nitridausscheidung erlauben, ist nur über Sonderverfahren, wie z.B. die Druckmetallurgie oder die Pulvermetallurgie, möglich. Bei Letzter wird das Pulver zur Steigerung des N-Gehaltes nitriert. Bauteile müssen dann unter Druck bei hohen Temperaturen aus dem Pulver kompaktiert werden. Ein wesentlicher Nachteil dieser unter Druck erzeugten Stähle ist der Verlust der Schweißbarkeit unter Normaldruck, da der Stickstoff bei der Erstarrung des Schmelzbades entweicht, was zu Veränderungen der Festigkeit, der Korrosionsbeständigkeit und der Gefügemorphologie gegenüber dem Grundwerkstoff führt [5].

#### 1.1.4 Nichtrostende austenitische CrMnCN-Stähle

Die technische Begrenzung durch die erforderliche Druckmetallurgie bei der Herstellung austenitischer Stähle mit höchsten Stickstoffgehalten führte zur Entwicklung hochinterstitiell legierter CrMnCN-Stähle. *Shanina et al.* haben in Jahr 2002 in [24] eine neue Methode zur Erzeugung austenitischer Stähle mit hohem im Mischkristall gelösten Gehalt der interstitiellen Elemente Kohlen- und Stickstoff vorgestellt. Auf Basis des in Kap. 1.1.3 beschriebenen Werkstoffes 18Cr-18Mn-0,6N ist entsprechend des Konzepts eine Gruppe von Legierungen berechnet worden, denen unterschiedliche Gehalte an Kohlenstoff zulegiert worden sind. Die Werkstoffe werden dem hohen Gehalt an Kohlenstoff (engl.: Carbon) und Stickstoff (engl.: Nitrogen) geschuldet als CarNite bezeichnet.

Neben weiteren Varianten wurden die CarNit-Werkstoffe CN0.85, CN0.96 und CN1.07 für eine Reihe detaillierter Untersuchungen ausgewählt, deren Ergebnisse von *Riedner* in dessen Dissertation zusammengeführt wurden [9]. Die Primärerstarrung der Werkstoffe erfolgt austenitisch. Mit abnehmendem C-Gehalt weisen die CarNit-Stähle einen zunehmend großen austenitischen Bereich im Zustandsschaubild sowie die Abnahme der Starttemperatur für Ausscheidungsbildung auf und versprechen damit gute Verarbeitungseigenschaften. Der CN1.07 weist von diesen drei Stählen die größte Tendenz zur Ausscheidungsbildung auf.

In einer Zusammenarbeit mit der Forschungsgruppe von Prof. Dr. Gavriljuk am Institut für Metallphysik der nationalen Akademie der Wissenschaften in Kiew wurden die CarNit-Stähle mittels unterschiedlicher mikro- und spektroskopischer Methoden bzgl. der Gefügeentwicklung und Elektronenkonfiguration untersucht. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in [10] zusammengefasst.

Die mechanischen Eigenschaften der CarNit-Stähle sind bei quasistatischer Belastung mit denen der mittels Druckelektroschlackeumschmelzens (DESU) hergestellten hochstickstoffhaltigen CrMn(Mo)N-Stähle vergleichbar. Die Festigkeit der CarNit-Stähle steigt mit steigendem C-Gehalt, wobei deren Duktilität kaum abnimmt [9].

Bzgl. der Korrosionseigenschaften scheinen die CarNit-Stähle dem Stahl 18Cr-18Mn-0,6N überlegen zu sein, was entsprechend der MARC Wirksumme nach Speidel [25]:

$$W_{MARC} = Cr + 3,3Mo + 20(C + N) - 0,5Mn - 0,25Ni \quad (11)$$

eine Folge des Zulegierens von Kohlenstoff sein kann.

Die Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SFE}$  der Stähle ist mit derjenigen der CrMn(Mo)N-Stähle vergleichbar. Einen wesentlicher Unterschied besteht in der Dichte der freien Elektronen  $\rho_{ec}$ , der eine Verstärkung des metallischen Bindungscharakters und damit eine Erhöhung der Duktilität zugeschrieben wird [10].

Der wesentliche Vorteil der CarNit-Stähle ist die prinzipielle Möglichkeit zur Herstellung von Gussstücken bei Normaldruck. Weiterhin sind die Stähle mit weniger Einschränkungen schweißbar, als die mittels DESU erzeugten CrMn(Mo)N-Stähle [5, 10].

## 1.2 Zeitlich veränderliche mechanische Beanspruchung

Werkstoffparameter sind im Allgemeinen nicht nur von der gewählten Belastungsamplitude und Belastungsfrequenz, sondern auch von weiteren Parametern wie z.B. dem Umgebungsmedium und der Versuchstemperatur abhängig. Soweit nicht explizit erwähnt beziehen sich die folgenden Aussagen auf Luft als Umgebungsmedium und Raumtemperatur als Versuchstemperatur.

### 1.2.1 Ermüdung

Bauteile unterliegen im Betrieb in der Regel zeitlich veränderlichen Beanspruchungen. So weisen zyklisch beanspruchte Bauteile üblicherweise eine geringere Lebensdauer auf, als rein statisch beanspruchte Bauteile [26]. Die Durchführung von Bauteilversuchen ist jedoch einer der letzten Schritte zur Ermittlung der Betriebsfestigkeit eines Produktes, da hiermit wesentliche Kosten verbunden sind. Im Regelfall werden zunächst in Laborversuchen an Laborproben Ermüdungsversuche zur Ermittlung des Werkstoffverhaltens durchgeführt.

Der einfachste Fall ist die Durchführung von Versuchen, während der jeweils eine Probe mit konstanter Amplitude und bei konstanter Frequenz unter definierten Umgebungsbedingungen bis zum Versagen oder bis zu einer festgelegten Anzahl von Schwingspielen belastet wird, sog. Wechselverformungsversuche. Wechselverformungsversuche können abhängig vom Untersuchungsziel mit oder ohne eine Mittellast durchgeführt werden, was von der Wahl der minimalen und maximalen Lastgrenze abhängt und mittels des sog. Verhältnisses  $R$  von minimaler zu maximaler Last angegeben wird.



Die zur Verfügung stehenden Prüfmethoden sind hierbei vielfältig. Die Wahl der Methode kann von der zu ertragenden Schwingspielzahl abhängen und umgekehrt. Soll das Werkstoffverhalten z.B. bei hohen Schwingspielzahlen erprobt werden, so wird bevorzugt auf Umlaufbiegeversuche oder Resonanzpulsler zurückgegriffen, da die zu erreichenden Schwingspielzahlen mit einigen  $10^6$  bis  $10^7$  Schwingspielen in adäquater Zeit nur über eine hohe Prüffrequenz erreicht werden können. Diese Versuche werden in der Regel jedoch spannungskontrolliert durchgeführt. Es handelt sich um sog. lebensdauerorientierte Untersuchungen.

Ist die Ermittlung des Werkstoffverhaltens bei hohen plastischen Lasten in Verbindung mit Gefügeuntersuchungen das Versuchsziel, werden oft servohydraulische Prüfstände eingesetzt. Im Fall dieser sog. vorgangsorientierten Untersuchungen am besten als Führungsgröße geeigneten Versuchsparameter sind die plastische Dehnungsamplitude gefolgt von der Totaldehnungsamplitude. Erstere erlaubt die Belastung der Probe über den gesamten Versuchsverlauf mit einem konstant bleibenden Anteil plastischer Verformung. Bei der Wahl der Totaldehnungsamplitude bleibt die Gesamtverlängerung der Probe im Prüfbereich konstant, die plastischen und elastischen Anteile der Verlängerung können sich jedoch über die Versuchsdauer ändern. Die Totaldehnungskontrolle wird bei diesem Versuchsziel in der Regel dann gewählt, wenn die plastische Dehnungskontrolle mittels des Messsystems nicht realisiert werden kann.

#### *Beschreibung des zyklischen Werkstoffverhaltens mittels der Modelle nach Morrow und Ramberg-Osgood*

Das zyklische Verhalten der Werkstoffe kann mittels des Modells von Morrow [27]:

$$\varepsilon_{a,t} = \varepsilon_{a,el} + \varepsilon_{a,pl} = \sigma'_f / E (2N_B)^b + \varepsilon'_f (2N_B)^c \quad (12)$$

bzgl. der Entwicklung der elastischen ( $\varepsilon_{a,el}$ ) und plastischen ( $\varepsilon_{a,pl}$ ) Anteile der Totaldehnungsamplitude ( $\varepsilon_{a,t}$ ) in Abhängigkeit von der doppelten Bruchlastspielzahl ( $2N_B$ ) beschrieben werden. Die verwendeten Parameter sind  $\sigma'_f$  - der zyklische Schwingfestigkeits- bzw. *Basquin*-Koeffizient,  $b$  - der zyklische Schwingfestigkeits- bzw. *Basquin*-Exponent,  $\varepsilon'_f$  - der zyklische Duktilitäts- bzw. *Coffin-Manson*-Koeffizient,  $c$  - der zyklische Duktilitäts- bzw. *Coffin-Manson*-Exponent und  $E$  - das Elastizitätsmodul. In Gleichung (12) führt Morrow die Modelle von *Basquin* [28], zur Beschreibung der Lebensdauer im durch die elastischen Anteile der Totaldehnungsamplitude dominierten Bereich, also bei hohen Bruchlastspielzahlen, und *Coffin-Manson* [29, 30], zur Beschreibung der Lebensdauer im durch die plastischen Anteile der Totaldehnungsamplitude dominierten Bereich, also im Bereich niedriger Bruchlastspielzahlen, zusammen. Die Messwerte für  $\varepsilon_{a,el}$  und  $\varepsilon_{a,pl}$  werden für eine bestimmte Totaldehnungsamplitude jeweils aus den Spannung-Dehnung-Hysteresen bei  $N_B/2$  ermittelt.

Zur Beschreibung des zyklischen Spannung-Dehnung-Verhaltens wird das Modell von *Ramberg* und *Osgood* [31] verwendet.

$$\varepsilon_{a,t} = \varepsilon_{a,el} + \varepsilon_{a,pl} = \sigma_a / E + (\sigma_a / K')^{1/n'} \quad (13)$$

$K'$  ist der zyklische Verfestigungskoeffizient und  $n'$  der zyklische Verfestigungsexponent. Analog zur Darstellung nach *Morrow* werden die Messwerte für  $\sigma_a$ ,  $\varepsilon_{a,el}$  und  $\varepsilon_{a,pl}$  für eine bestimmte Totaldehnungsamplitude jeweils aus den Spannung-Dehnung-Hysteresen bei  $N_B/2$  ermittelt. Unter Berücksichtigung der Kompatibilitätsbedingung, s. z.B. *Haibach* [26] und *Niestony et al.* [32], wonach die elastischen und die plastischen Anteile der Totaldehnungsamplitude in Gleichung ( 12 ) und ( 13 ) gleichzusetzen sind, können  $K'$  und  $n'$  aus  $\sigma'_f$ ,  $\varepsilon'_f$ ,  $b$  und  $c$  zu:

$$n' = b/c \quad (14)$$

und

$$K' = \sigma'_f / (\varepsilon'_f)^{b/c} \quad (15)$$

berechnet werden.

#### *Mikrostrukturelle Veränderungen in Abhängigkeit von zyklischer Belastungsamplitude, Stapelfehlerenergie und Nahordnung*

Kubischflächenzentrierte Metalle weisen in Abhängigkeit von ihrer chemischen Zusammensetzung und der wirkenden Belastungsamplitude zu unterschiedlichen Zeitpunkten der Lebensdauer unterschiedlich ausgebildete Versetzungsstrukturen auf. Die Unterschiede in der Mikrostrukturentwicklung sind die Folge unterschiedlichen Versetzungsgleitverhaltens bei der jeweiligen Last in Abhängigkeit von der Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SFE}$  und der Ausprägung der Nahordnung der einzelnen Legierungen (Abbildung 5) [33, 34]. Die Beobachtungen sind auf die verschiedenen austenitischen Stähle mit kubischflächenzentriertem Gitter ohne Einschränkung übertragbar.

Bei dem größten Teil der gleitfähigen Versetzungen handelt es sich um Versetzungen, die durch Aktivierung von Versetzungsquellen bei der Überschreitung einer kritischen Schubspannung neu gebildet werden, da zur Bewegung im Gefüge bereits befindlicher Versetzungen, die durch Atome gepinnt sind, die kritische Schubspannung in den meisten Fällen die Zugfestigkeit übersteigt [35].

Bei hoher Stapelfehlerenergie und niedriger Nahordnung ist der Charakter der Versetzungsgleitung wellig. Versetzungen können in diesem Fall, wenn z.B. ein Hindernis vorliegt, das Gleitsystem verlassen und in unterschiedlichen Quergleitebenen quergleiten. Erfolgt nun eine Änderung der Lastrichtung, so kann der Gleitvorgang von jeder Versetzung in einer neuen Gleitebene fortgesetzt werden (Abbildung 6) [36]. Beim Wechsel der Lastrichtung können so die schraubenförmigen Teile umgekehrten Vorzeichens von Versetzungen zufällig miteinander interagieren und sich auslöschen, während die Stufenanteile zurückbleiben und zur Bildung einer Zellwandstruktur führen [37, 38].

Bei hoher Nahordnung wird aufgrund des zu deren Störung erforderlichen Energieeintrages eine hohe Initialspannung zur Aktivierung der Versetzungsquellen und für den Gleitvorgang der ersten Versetzungsfront in einer primären Gleitebene erforderlich. Nach dem ersten Gleitvorgang einer Versetzungsfront in der primären Gleitebene konzentrieren sich die Gleitvorgänge weiterer Versetzungen in dieser Gleitebene. Der Grund hierfür ist die verursachte Störung der Nahordnung und somit die Absenkung des erforderlichen Energieeintrages und in der Konsequenz auch der erforderlichen Schubspannung für

Versetzungsbewegung. Trotzdem ist Quergleiten weiter unter der Voraussetzung der Überschreitung der erforderlichen Initialspannung möglich, was dazu führt, dass auch beim Quergleiten nachteilige Versetzungen der ersten Versetzungsfront im aktivierten Quergleitsystem folgen. Bei Lastumkehr kann, unter den genannten Bedingungen, wieder ein neues Gleitsystem aktiviert werden. Sowohl für das Quergleiten, als auch die Aktivierung eines weiteren Gleitsystems ist die Wahrscheinlichkeit durch die höhere erforderliche Energie herabgesetzt, so dass diese als Mechanismus lediglich dann wirksam werden, wenn, wie im ersten Fall beschrieben ein Hindernis umgangen werden muss [36].

Mit der Absenkung der Stapelfehlerenergie, die ein umgekehrt proportionales Maß für die Aufspaltung von Versetzungen in Teilversetzungen darstellt, wird das Quergleiten weiter erschwert, da Teilversetzungen zum Quergleiten zunächst wieder zu einer vollständigen Versetzung rekombinieren müssen. Ein Vorgang, der mit dem Einbringen zusätzlicher Energie gekoppelt ist (Abbildung 7) [39].

Der Vergleich des Verhaltens austenitischer Stähle zeigt, dass die Stähle, die planares Gleitverhalten der Versetzungen aufweisen (mitunter aufgrund des hohen Anteils interstitieller Legierungselemente im Mischkristall, wobei es sich in der Regel um Stickstoff handelt), eine höhere Dauerfestigkeit im lösungsgeglühten Zustand aufweisen, als Werkstoffe, in denen das wellige Gleitverhalten der Versetzungen bevorzugt auftritt [40, 41]. Werden die Stähle jedoch vor der Ermüdungsbeanspruchung kaltverfestigt, so zeigen letztere einen Festigkeitsgewinn bzgl. der Dauerfestigkeit [40], während erste kaum von der Vorverfestigung profitieren [41].

In oberflächennahen Kornbereichen können Versetzungen bis an die Bauteil- bzw. Probenoberfläche gleiten. Hierdurch entstehen auf der Oberfläche zunächst Stufen mit der Breite eines Netzebenenabstandes, die mit zunehmender Anzahl der Ereignisse in einem Gleitsystem zu sichtbaren Gleitlinien führen, die sich dann weiter zu In- und Extrusionen entwickeln können. Die In- und Extrusionen können ab einer bestimmten Größe als Oberflächenungängen bzw. Kerben fungieren. Diese stellen dann Bereiche lokal höherer Belastung aufgrund von wirkender Mehrachsigkeit dar, deren Folge die Bildung erster Risse in der Probenoberfläche ist. Während die Anrissbildung bei hohen Lasten in der Regel an der Bauteil- bzw. Probenoberfläche stattfindet, können ähnliche Vorgänge bei niedrigen Lasten und hohen Lastspielzahlen an inneren Oberflächen, z.B. Oxideinschlüssen, die prozessbedingt in nichtrostenden Stählen zu finden sind, stattfinden und das Versagen von hier aus einleiten [33]. Die Lebensdauer eines Bauteils kann somit in, im Wesentlichen, zwei Bereiche unterteilt werden:

1. Ermüdung eines Bauteils bis zur Bildung eines ausbreitungsfähigen Anrisses
2. Ermüdung eines Bauteils mit stabil-ausbreitungsfähigem Anriss

### 1.2.2 Rissausbreitung

Unter einem Riss versteht man die teilweise Trennung eines ursprünglich ganzen Körpers. Folglich wird der Riss als ein Schnitt in einem Körper von zwei gegenüberliegenden Oberflächen, den Rissflächen, gebildet, die in der Risspitze zusammentreffen. Bei der vollständigen Trennung wird zumeist von einem Bruch gesprochen. Sowohl beim Riss als auch beim Bruch handelt es sich im Regelfall um die Folge einer Belastung des Bauteils, die an einem Strukturfehler im Werkstoff oder an der Bauteiloberfläche zur lokalen Überlast geführt hat [42]. Es sei angemerkt, dass als Strukturfehler, bei entsprechend scharfkantiger



Ausbildung, ebenfalls die aus der Ermüdungsbelastung resultierenden an der Oberfläche entstehenden In- und Extrusionen angesehen werden können.

Der Einsatz von Werkstoffen in Bereichen mit hohem Risikopotential erfordert eine detaillierte Kenntnis des Werkstoffverhaltens unter extremen Bedingungen. Da die zuvor beschriebene Lebensdauer, nach der Phase der Anrissbildung, in die Phase der Rissausbreitung mündet, ist die Kenntnis des Rissausbreitungsverhaltens innerhalb eines Werkstoffes erforderlich, um die Restlebensdauer abzuschätzen. Die Belastung an der Risspitze kann im Realteil mittels dreier unterschiedlicher Modi (Abbildung 8) oder deren Superposition beschrieben werden.

Genormt ist die Durchführung von Rissausbreitungsversuchen entsprechend der Norm ASTM E-647 [43] und die Bestimmung der Bruchzähigkeit entsprechend der ASTM E-399 [44]. Die Verwendung beider Normen dient zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens im Modus I. Die an der Probe angreifende Last wirkt demnach normal zur Bruchfläche. Weiterhin wird für die Verwendung die Gültigkeit der linear-elastischen Bruchmechanik vorausgesetzt, d.h. die aus dem Belastungszustand an der Risspitze resultierende reale plastische Zone ist im Vergleich zur Risslänge und Bauteilgeometrie klein.

Die Beschreibung des Werkstoffzustandes mittels des aus der linear-elastischen Bruchmechanik abgeleiteten Spannungsintensitätskonzepts, auch K-Konzept genannt, erfolgt im Nahfeld der Risspitze für den Modus I üblicherweise nach *Irwin* [45]:

$$K_I = \sigma_\infty \sqrt{\pi a} Y(a/W) \quad (16)$$

Dabei sind  $K_I$  - der Spannungsintensitätsfaktor,  $\sigma_\infty$  - die aus einer in unendlicher Entfernung am Bauteil wirkenden Kraft resultierende Spannung im Restquerschnitt,  $a$  - die Risslänge und  $Y(a/W)$  - ein dimensionsloser Geometriekorrekturfaktor, der die üblicherweise endlichen Dimensionen des Bauteils berücksichtigt.

Analog zum Verhalten der Werkstoffe unter Ermüdungsbeanspruchung, d.h. der Werkstoff versagt bei wiederholter Belastung mit einer Last, die weit unterhalb einer monotonen zum Versagen führenden Last liegt, sind Ermüdungsrisse bei zyklischen Lasten ausbreitungsfähig, die bei einmaliger Belastung nicht zum messbaren Rissfortschritt führen würden. Allgemein gilt nach *Rice* [46] für den Zusammenhang zwischen der zyklischen Spannungsintensität, bzw. Spannungsintensitätsschwingbreite,  $\Delta K$  analog zur Gleichung (16):

$$\Delta K = \Delta \sigma_\infty \sqrt{\pi a} Y(a/W) \quad (17)$$

Die Entwicklung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit von  $\Delta K$  kann in drei Bereiche unterteilt werden (Abbildung 9). Im Bereich I sind Risse nur ab einem bestimmten Schwellwert  $\Delta K_{th}$  ausbreitungsfähig. *Schwalbe* nennt in [42] einen groben empirischen Zusammenhang zwischen  $\Delta K_{th}$ , dem Kraftverhältnis  $R_F$  (aus wirkender Unter- und Oberkraft), dem Elastizitätsmodul  $E$  und der Poissonzahl  $\nu$ :

$$\Delta K_{th}(R_F)/E = (2,75 \pm 0,75) \cdot 10^{-5} (1 - R_F)^\nu \quad (18)$$

Im Bereich II erfolgt die stabile Ausbreitung des Risses. D.h. die Verlängerung des Risses pro Schwingspiel  $da/dN$  ist direkt von der Spannungsintensitätsschwingbreite  $\Delta K$  abhängig, was nach *Paris-Erdogan* [47] mittels eines Potenzgesetzes zu:

$$da/dN = C(\Delta K)^m \quad (19)$$

beschrieben werden kann. In der doppelt logarithmischen Darstellung entsprechen die Modellkurven demnach Geraden. Der *Paris-Erdogan*-Exponent  $m$  bestimmt die Steigung, während der *Paris-Erdogan*-Koeffizient  $C$  modellbedingt die Rissfortschrittsgeschwindigkeit bei  $\Delta K = 1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  repräsentiert.

Im Bereich III ist die Rissausbreitung instabil und nimmt mit geringem Anstieg der Spannungsintensitätsschwingbreite überproportional zu. Prinzipiell kann nach *Richard* [48] eine kritische Spannungsintensitätsschwingbreite  $\Delta K_{IC}$  aus der Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  zu:

$$\Delta K_{IC} = (1 - R_F)K_{IC} \quad (20)$$

bestimmt werden, die bereits bei einem Schwingspiel zum Bruch des Bauteils führt.

Reale Werkstoffe reagieren im Nahfeld der Risspitze bei einer Beanspruchung über die Streckgrenze  $R_{p0.2}$  hinaus inelastisch. D.h. im Nahfeld der Risspitze ist ein bestimmtes Werkstoffvolumen, die sog. plastische Zone  $r_{pl}$ , plastisch verformt. Die Größe dieser Zone kann nach [44] zu

$$r_{pl} = \left( K_{max} / R_{p0.2} \right)^2 \quad (21)$$

mit  $K_{max}$  - der höchsten zum jeweiligen Zeitpunkt wirkenden Spannungsintensität bestimmt werden.

In der Literatur werden durch *Rice, Hahn et al.* sowie *Bathias et al.* und weitere Autoren jedoch wiederholt auf empirischen Ergebnissen basierende Abweichungen zur Größe der plastischen Zone nach Gleichung ( 21 ) bei zyklischer Beanspruchung beschrieben [46, 49, 50]. Die Größe der monotonen plastischen Zone bei zyklischer Beanspruchung beträgt nach [46, 49, 50]:

$$r_{pl}'' = A \left( \Delta K / R_{p0.2} \right)^2 \quad (22)$$

*Bathias et al.* bestimmen  $A$  für austenitische Stähle die dem Typ AISI 304 und AISI 316 zugeordnet werden könnten zu 0,045 bis 0,055 [50]. Weiterhin wird eine zyklische plastische Zone  $r_{pl}'$  bestimmt. Das Verhältnis von  $r_{pl}''/r_{pl}'$  wird von *Bathias et al.* mit 4 bis 5, sowohl für die untersuchten austenitischen, als auch für die untersuchten martensitischen Stähle benannt. *Cheng et al.* bestimmen  $r_{pl}''/r_{pl}'$  in [51] für einen TRIP-Stahl mit 0,2 Gew.-%C und 1,5 Gew.-%Mn zu 4,4.

### 1.3 Ziel der Arbeit

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung des mechanischen Verhaltens und der Mikrostrukturentwicklung einer als CarNit-Stähle bezeichneten Gruppe nichtrostender austenitischer CrMnCN-Stähle im Vergleich zu CrNi(Mo)- sowie CrMn(Mo)N-Stählen und zum hochkohlenstofflegierten MnC- bzw. Hadfield-Stahl.

Es soll das quasistatische sowie das zyklische Verhalten an un- und gekerbten Laborproben im lösungsgeglühten Zustand an Luft bei Raumtemperatur untersucht werden. Aus den genannten Stahlgruppen werden gezielt Stähle für mechanische Untersuchungen ausgewählt.

Die mechanischen Untersuchungen umfassen

1. Zugversuche in Anlehnung an [52], jedoch mit abweichender Probengeometrie
2. Totaldehnungskontrollierte mitteldehnungsfreie Zug-Druck-Ermüdungsversuche bei Raumtemperatur
3. Rissausbreitungsversuche nach [43]
4. Bruchzähigkeitsmessungen in Anlehnung an [44]

Untersuchungen des Gefüges werden an ausgewählten Laborproben nach unterschiedlichen Belastungen durchgeführt, wobei primär die Werkstoffe untersucht werden, zu deren Mikrostrukturentwicklung noch keine oder wenige Untersuchungen anderer Autoren vorliegen.

Die Gefügeuntersuchungen umfassen:

1. Lichtmikroskopie
2. Härtemessung
3. Rasterelektronenmikroskopie (REM) inklusive energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS) und Rückstreuелеktronenbeugung (EBSD)
4. Transmissionselektronenmikroskopie inklusive Feinbereichsbeugung (SAD).

## 2 Versuchsdurchführung

### 2.1 Versuchswerkstoffe

Bei den Versuchswerkstoffen handelt es sich um austenitische Stähle aus Ni-haltigen und annähernd Ni-freien Legierungssystemen, in denen Nickel (Ni) durch Mangan (Mn) als Austenitbildner substituiert wurde. Im Rahmen der Arbeit werden die Ni-haltigen Stähle als Ni-Austenite und die Ni-freien Stähle als Mn-Austenite bezeichnet. Die Mn-Austenite weisen jeweils einen Ni-Gehalt  $\leq 0,4$  Gew.-% auf. Die Stähle weisen unterschiedliche Legierungsgehalte und -verhältnisse der interstitiellen Legierungselemente Kohlenstoff (C) und Stickstoff (N) auf. Die im Folgenden verwendete Bezeichnung berücksichtigt die Legierungselemente Ni, Mn und Mo, sowie den Massenanteil der interstitiellen Legierungselemente C und N, also die C+N Summe. Die Legierungselemente C und/oder N sind in der Bezeichnung angegeben, wenn der Massenanteil des Elements 0,15 Gew.-% überschreitet (so handelt es sich beim CNMn0.96 um einen Mn-Austenit, mit  $Mo < 0,3$  Gew.-%, einem Gesamtgehalt an C+N von 0,96 Gew.-%, sowie jeweils  $C > 0,15$  Gew.-% und  $N > 0,15$  Gew.-%). Die Bezeichnung GCMn1.20 weist mit Verwendung des Buchstaben G zusätzlich auf den Gusszustand des Gefüges hin, während die restlichen Werkstoffe geschmiedete Gefüge aufweisen.

Verwendung finden der CrNi-Stahl 1.4307 (Ni0.07), der CrNiMo-Stahl 1.4404 (NiMo0.09), der MnC-Stahl 1.3403 (GCMn1.20), die CrMnN-Stähle 1.3816 (NMn0.71) und 1.3815 (NMn0.90), der CrMnMoN-Stahl 1.4452 (NMnMo0.85) und drei auf Basis des 1.3816 entwickelten CrMnCN-Stähle aus der Gruppe der sog. CarNite, d.s. CNMn0.85, CNMn0.96 und CNMn1.07.

Für die mechanischen Untersuchungen wurden die Stähle im lösungsgeglühten Zustand verwendet. Die chemische Zusammensetzung der Stähle wurde an Proben des jeweiligen Halbzeugs mittels Vakuumemissionsspektroskopie gemessen und ist in Tabelle 1 angegeben. Die Messungen wurden am Ni0.07 und NiMo0.09 bei der Germanischer Lloyd Prüflabor GmbH (Mülheim, Deutschland), am GCMn1.20 bei der Schmolz + Bickenbach Guss GmbH (Krefeld, Deutschland) und an den übrigen Werkstoffen bei der Energietechnik Essen GmbH (Essen, Deutschland) durchgeführt.

### 2.2 Mechanische Untersuchungen

#### 2.2.1 Verwendete Probengeometrien und Probenvorbereitung

Die Versuchswerkstoffe lagen zunächst als Halbzeuge vor. Hierbei handelte es sich bei GCMn1.20 um im Schleudergussverfahren hergestellte Rohre, bei Ni0.07, NiMo0.09, NMn0.90, NMnMo0.85, CNMn0.85, CNMn0.96 und CNMn1.07 um geschmiedete Stäbe, und bei NMn0.71 um einen geschmiedeten Kappenring. Vor der Verarbeitung zum Halbzeug wurden NMn0.90, NMnMo0.85 mittels DESU, NMn0.71, CNMn0.85, CNMn0.96, CNMn1.07 mittels ESU (Elektroschlackeumschmelzen) homogenisiert.

Zur Bestimmung der quasistatischen Eigenschaften im Zugversuch und zur Ermittlung der zyklischen Eigenschaften in totaldehnungskontrollierten Versuchen wurden sog. Kegelkopfprouben gemäß Abbildung 10 verwendet. Die Untersuchung des

Rissausbreitungsverhaltens während der stabilen Rissausbreitung, sowie der Bruchzähigkeit erfolgte an in [44], [53] und [43] beschriebenen „Compact C(T) specimen“ (Abbildung 11), im Folgenden CT-Proben genannt, mit den der Halbzeuggeometrie geschuldeten Abmessungen gemäß Tabelle 2.

Aus den o.g. Halbzeugen wurden zunächst mittels zerspanender Verfahren Rohlinge hergestellt. Für die Kegelpfropfen wurden die Abmessungen der Rohlinge zu  $\varnothing 20 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ , für die CT-Proben zu  $(1,2W + 2 \text{ mm}) \times (1,25W + 2 \text{ mm}) \times (B + 2 \text{ mm})$  gewählt.

Die Wärmebehandlung der Rohlinge erfolgte in einem Hochtemperaturofen der Fa. Nabertherm (Lilienthal, Deutschland) an Luft mit den in Tabelle 1 genannten Parametern<sup>1</sup>.

Im Anschluss wurde die finale Probenform, mit Ausnahme der Rissstarterkerbe der CT-Proben, in der „Zentralen Mechanikwerkstatt“ der Universität Duisburg-Essen mittels CNC-Drehen und -Fräsen hergestellt. Die Rissstarterkerbe wurde bei der Quint GmbH (Heiligenhaus, Deutschland) drahterosiv eingebracht. Mit dem zuvor gewählten Übermaß wurde der Abtrag des während der Wärmebehandlung beeinflussten Randbereiches der Proben, wie in [5] beschrieben, gewährleistet.

Die aus der finalen Fertigung resultierenden mechanisch beeinflussten Gefügebereiche wurden, durch die im Nachgang durchgeführte Oberflächenpräparation der Proben, so weit wie möglich entfernt. Hierzu wurden die Kegelpfropfen im Bereich der Messlänge und darüber hinaus auf einer Länge von 28 mm, die CT-Proben im Bereich der Seitenflächen geschliffen und poliert. Der Schleifprozess erfolgte in mehreren Stufen mit SiC-Schleifpapier, wobei der letzte Schleifschritt immer parallel zur Kraftwirkungsachse mit Papier der Körnung P1200 (Fa. Struers, Willich, Deutschland) durchgeführt wurde. Die abschließende Politur wurde mit 1  $\mu\text{m}$  - Diamantpaste (Fa. Buehler-Met GmbH, Düsseldorf, Deutschland) bis zum Erhalt einer spiegelnden Oberfläche durchgeführt.

Im letzten Schritt wurde die Oberflächenqualität bei einer 10x Vergrößerung mittels eines Labormakroskopes der Fa. Leica (Wetzlar, Deutschland) sichergestellt.

## 2.2.2 Zugversuche

Die Ermittlung der quasistatischen Werkstoffkennwerte im Zugversuch erfolgte an der servohydraulischen Prüfmaschine vom Typ Bionix 858 der Fa. MTS Systems GmbH (Berlin, Deutschland). Die Maschine ist für eine maximale Prüflast von 50 kN ausgelegt.

Zur Probeneinspannung wurde das in Abbildung 12 gezeigte Kegelspannzeug verwendet. Der Verzicht auf Schraubenverbindungen zur Probeneinspannung verhindert mögliche Ausrichtungsfehler durch Festziehen oder Lösen. Bei entsprechend präziser Fertigung der Kegelpfropfen, sowie der tragenden Schulter und kegeligen Bohrung der geteilten Halbschalen, ist so deren effiziente und reproduzierbare Einspannung mittels des Hydraulikstempels möglich. Die Einspannung mittels Hydraulikstempel erlaubt zusätzlich eine Belastung der Proben in Druckrichtung. Die präzise Ausrichtung des Kegelspannzeugs mittels DMS-bestückter Kalibrierproben verhindert das Auftreten von Randspannungen größer 10 MPa.

---

<sup>1</sup> Die Wirksamkeit der Parameter wurde in Versuchen, die im Rahmen der Ergebnisse dieser Studie nicht weiter beschrieben werden, erprobt und mittels metallographischer Untersuchungen bestätigt.

Die Versuchsdurchführung orientierte sich an [52]. Aufgrund der verwendeten Probenform konnte die in der Norm geforderte Probenlänge nicht eingehalten werden. Die Traversenabzugsgeschwindigkeit wurde zu 0,03 mm/s gewählt, die resultierenden Dehnraten und Spannungsanstiegsgeschwindigkeiten sind in Tabelle 3 angegeben.

Die auf die Probe übertragenen Kräfte wurden mit der im Bionix System integrierten Kraftmessdose vom Typ 662.20B-06 (MTS Systems GmbH) erfasst. Als Dehnungsaufnehmer wurde ein Schneidenextensometer vom Typ 632.13F-20 (MTS Systems GmbH) mit einer Anfangsmesslänge von 10 mm und einem Verfahrensweg von  $\pm 1,5$  mm verwendet. Zusätzlich zum Kraft- und Dehnungssignal wurde die Traversenposition erfasst. Die Maschine wurde mittels der Software Teststar (MTS Systems GmbH) gesteuert. Die Datenerfassung erfolgte mittels der MTS Software Testware-SX. Die Bestimmung der Bruchdehnung und Brucheinschnürung erfolgte durch Vermessen der Proben nach erfolgtem Bruch.

Die Dehnungsmessung bis zum Bruch der Probe war mit dem verwendeten Schneidenextensometer nicht möglich. Zur Bestimmung der Spannung-Dehnung-Kurve außerhalb des Meßbereiches des Extensometers bis zum Bruch der Probe wurden die Aufzeichnungen der Traversenposition herangezogen. Die Daten wurden entsprechend

$$\varepsilon_{res,t} = (x_{trav} - x_{0,trav}) / A - \sigma_n / B \quad (23)$$

mit den Messwerten des Dehnungsaufnehmers in dessen Messbereich und der gemessenen Bruchdehnung in Übereinstimmung gebracht. Hierbei sind  $\varepsilon_{res,t}$  - die aus der Berechnung resultierende Totaldehnung,  $x_{trav}$  - die aktuelle Traversenposition,  $x_{0,trav}$  - die Anfangstraversenposition,  $\sigma_n$  - die auf den Anfangsquerschnitt der Probe bezogene Nennspannung,  $A$  und  $B$  - für die Anpassung notwendige Korrekturparameter. Im Falle von  $A$  könnte von einer „virtuellen“ Anfangsmesslänge gesprochen werden, die allerdings von der Anfangsmesslänge des Dehnungsaufnehmers wesentlich abweicht.

### 2.2.3 Totaldehnungskontrollierte axiale Zug-Druck Wechselversuche

Zur Durchführung der totaldehnungskontrollierten Zug-Druck Wechselversuche wurde die unter 2.2.2 beschriebene Versuchsanordnung verwendet. Der Spanndruck des Hydraulikstempels wurde so gewählt, dass während der Druckphase das Öffnen des Spannzeugs ausgeschlossen werden konnte. Die Versuchsdurchführung erfolgte an Laborluft bei Raumtemperatur ( $25 \pm 5$  °C). Wie bereits in [40] und [41] beschrieben, war die Kontrolle der plastischen Dehnungsamplitude ( $\varepsilon_{a,pl}$ ) mit dem eingesetzten Steuerprogramm nicht möglich, so dass die Totaldehnungsamplitude ( $\varepsilon_{a,t}$ ) als Regelparameter verwendet wurde. Das gewählte Totaldehnungsverhältnis betrug  $R_\varepsilon = \varepsilon_u / \varepsilon_o = -1$ . Der Dehnungs-Zeit- bzw. Dehnungs-Kraft-Verlauf war sinusförmig. Basierend auf den Erfahrungswerten aus [40] und [41] wurde die Frequenz bei Totaldehnungsamplituden  $\varepsilon_{a,t} \geq 0,8 \%$  zu 0,5 Hz, bei  $\varepsilon_{a,t} < 0,8 \%$  zu 2,5 Hz gewählt, um eine Temperaturerhöhung im Probenquerschnitt  $> 50$  °C ausschließen zu können. Die resultierenden maximalen Dehnraten im Wendepunkt während des Nulldurchganges im Druck-Zeit-Verlauf sind in Tabelle 4 angegeben. Die Temperatur der Proben im Messbereich wurde mittels eines Fe-CuNi Thermoelementes kontrolliert. Als Abbruchkriterium wurde der Bruch der Probe, als Grenzlastspielzahl für die



Wechselfestigkeit  $2 \cdot 10^6$  Lastwechsel definiert. Proben, die diese Lastspielzahl erreicht oder überschritten haben, wurden als Durchläufer gewertet.

Die erfassten Signale beinhalten die Totaldehnung, die Traversenposition, die Kraft und die Temperatur. Die Datenanalyse erfolgte mittels einer hauseigenen MatLab-Routine (MatLab: The MathWorks GmbH, Ismaning, Deutschland).

### *Spannung-Dehnung Hysterese mit Kenngrößen*

Die Charakterisierung der mikrostrukturellen Veränderungen innerhalb einer Probe während eines Ermüdungsversuches ist nur über mikroskopische Verfahren möglich, die die Zerstörung der Probe zur Folge haben und somit die Fortsetzung des Versuches nach der Untersuchung unmöglich machen. Dennoch besteht die Möglichkeit, Informationen über das mechanische Verhalten und mögliche strukturelle Veränderungen des untersuchten Werkstoffes während der Belastung bis zum Bruch zu erhalten. Hierzu werden in logarithmischer Sequenz einzelne Schwingspiele mit 200 Wertepaaren pro Schwingspiel aufgezeichnet und im Anschluss an den Versuch bezüglich charakteristischer Kenngrößen ausgewertet.

Während eines Schwingspiels ist das mechanische Verhalten eines Werkstoffes durch die Spannung-Dehnung Hystereseschleife (Abbildung 13) beschrieben. Bei totaldehnungskontrollierten Ermüdungsversuchen ist das Dehnungsverhältnis  $R_\varepsilon = \varepsilon_u / \varepsilon_o$  definiert. Als wesentliche Kenngröße gibt die plastische Dehnungsamplitude ( $\varepsilon_{a,pl}$ ) Aufschluss über stattfindende Ent- oder Verfestigungsvorgänge.

## **2.2.4 Messung der Ausbreitungsgeschwindigkeit von Ermüdungsrissen**

Die Bestimmung des stabilen Rissausbreitungsverhaltens erfolgte mittels einer servohydraulischen Prüfmaschine der Firma Carl Schenck Maschinenfabrik GmbH (Darmstadt, Deutschland) bestehend aus dem Maschinenrahmen PC 160 L, einem Hydropuls-Längszylinder des Typs PLm 100 K mit der Nennkraft von 100 kN und der Kraftmessdose PM 100 Rn zur Messung der auf die Probe übertragenen Kräfte. Die Maschinensteuerung erfolgte über einen Servokontroller vom Typ FlexTest 40 mittels der Software vom Typ 793.10 zur Steuerung und Datenerfassung (beides MTS Systems GmbH).

Die Versuche wurden in Anlehnung an [43] kraftgeregelt an Laborluft bei Raumtemperatur ( $25 \pm 5$  °C, s. auch 2.2.3) durchgeführt. Der gewählte Kraft-Zeit-Verlauf war sinusförmig. Das Kraftverhältnis betrug  $R_F = R_u / R_o = 0,1$ . Analog gilt derselbe Wert auch für das Spannungsverhältnis im Restquerschnitt der Probe  $R_\sigma$  und das Spannungsintensitätsfaktorverhältnis  $R_{KI}$  an der Rissspitze. Die Versuchsfrequenz betrug  $f = 10$  Hz. Die verwendete Methode diente der Untersuchung des stabilen Rissausbreitungsverhaltens im Bereich 2 der Rissfortschrittskurve.

Für die gewählte Probengeometrie ist der Korrekturfaktor aus Gleichung ( 16 ) nach Newman und Srawley [54, 55]:

$$Y(a/W) = \frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right)}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{\pi a}{W}\right)^{\frac{1}{2}}} \left(0,866 + 4,64 \left(\frac{a}{W}\right) - 13,32 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14,72 \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5,6 \left(\frac{a}{W}\right)^4\right) \quad (24)$$

Aus dem Kraftverhältnis  $R_F$  ergibt sich unter den genannten Versuchsbedingungen die zyklische Spannungsintensität  $\Delta K$  zu:

$$\Delta K = K_{\max}(1 - R_F) \quad (25)$$

Zur Probeneinspannung wurden aus dem Werkstoff 1.4452 gefertigte Gabelköpfe in Anlehnung an [43, 44] in Verbindung mit vergüteten und gasnitrierten Bolzen, aus dem Werkstoff 1.7225, verwendet (Abbildung 14). Die Gabelköpfe waren mittels einer Feingewindestange (DIN 975 - M30 x 1.5 - Festigkeit 12.9) und doppelt isolierter Zwischenstücke mit der Aufnahme am Zylinder der Maschine und der Kraftmessdose verbunden. Beidseitig waren an den Gewindestangen als Mantelrohrwärmeüberträger ausgeführte Kühlelemente appliziert, die über Schläuche mit dem zur Regelung der Wassertemperatur kombinierten Systems aus Kühlthermostat und Umwälzthermostatenbad verbunden waren. Dabei wurde die Strömungsrichtung so gewählt, dass zunächst das zylinderseitige Kühlelement durchströmt wurde. Als Kühlmedium diente destilliertes Wasser. Während der Versuche wurde die Temperatur der Probe an deren Ober-, Unter- und Rückseite gemessen. Mittels des beschriebenen Systems wurde der max. Temperaturanstieg von 5 K gegenüber dem unbelasteten Probenzustand und die max. Temperaturdifferenz zwischen der Probenrückseite und Ober- bzw. Unterseite von 2 K realisiert.

Zur Messung der Risslänge wurde die Gleichstrom-Potentialmethode verwendet. Hierbei wird die Probe von einem konstanten elektrischen Strom durchflossen und der, mit wachsendem Rissfortschritt, wachsende Abfall der elektrischen Spannung über der Probe gemessen. Als Stromquelle diente der Konstanter vom Typ SM 1540 D der Firma Delta Elektronika B.V. (Zieriksee, Niederlande). Die Stromzufuhr erfolgte an der Ober- und Unterseite der Probe. Der Potentialabgriff erfolgte stirnseitig mittels eines Nanovoltverstärkers vom Typ 182 der Firma Keithley Instruments, Inc. (Cleveland, OH, USA), an zwei im Abstand  $2y_0$  (Tabelle 2 und Abbildung 14c) zueinander in Probenmitte und symmetrisch zur Kerbe angeordneten Stiften. Das verstärkte Signal wurde dem MTS-System über einen nachgeschalteten Tiefpassfilter zugeführt.

Die erfassten Signale beinhalten zusätzlich zur Anzahl der Schwingspiele als wesentliche Größen die Kraft und den Potenzialabfall über der Probe, sowie die Traversenposition, die Stromstärke und die Temperatur. Die Datenanalyse erfolgte mittels einer hauseigenen, in Anlehnung an den in [43] vorgeschlagenen QuickBasic-Code entwickelten, MatLab-Routine (MatLab: The MathWorks GmbH, Ismaning, Deutschland).

### 2.2.5 Messung der Bruchzähigkeit

Zur Messung der Bruchzähigkeit wurden die zuvor im Versuch entsprechend Kap. 2.2.4 belasteten Proben eingesetzt. Hierzu wurde bei gleichen Bedingungen die unter 2.2.4 beschriebene Versuchsanordnung, ergänzt durch einen zur Rissöffnungsmessung bestimmten Wegaufnehmer vom Typ WAC (Dr.-Ing. Georg Wazau Mess- + Prüfsysteme GmbH, Berlin, Deutschland), verwendet. Die Versuchsdurchführung und Messwertanalyse erfolgte in Anlehnung an [44] und [53]. Ausgehend von einem Startwert von 3,5 kN betrug die Kraftanstiegsgeschwindigkeit für alle Proben 300 N/s. Die erfassten Signale beinhalten die Kraft, die Rissöffnung und die Traversenposition.



## 2.3 Metallographie

### 2.3.1 Probenauswahl

Die Charakterisierung der mikrostrukturellen Veränderungen erfordert, wie bereits in 2.2.3 erwähnt, im strengsten Sinn die Durchführung sowohl der mechanischen, als auch der metallographischen Untersuchungen an derselben Probenposition beginnend mit dem Ausgangszustand an jeweils derselben Probe in unterschiedlichen Stadien der Probenverlängerung (Zugversuche) oder der Lebensdauer (Ermüdungsversuche sowohl an ungekerbten, als auch an gekerbten Proben). Als Folge einer metallographischen Untersuchung könnte der unterbrochene mechanische Versuch nicht fortgesetzt werden, da die Probengeometrie und der damit im Zusammenhang stehende Spannungszustand innerhalb der Probe unter Last verändert sein würden. Aussagen über die Entwicklung der Mikrostruktur unter Belastung beziehen sich im Rahmen dieser Studie daher auf den Vergleich des Ausgangszustandes mit der Mikrostruktur nach dem Versagen einer Probe im entsprechenden mechanischen Versuch und haben qualitativen Charakter. Zur Untersuchung der Ausgangs- und der resultierenden Mikrostruktur wurden dementsprechend Proben ausgewählt.

Die Untersuchung der Mikrostruktur des lösungsgeglühten Ausgangszustandes wurde für alle untersuchten Werkstoffe mittels Licht-, Rasterelektronenmikroskopie (REM) inkl. energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS) und Rückstreuelektronenbeugung (EBSD) durchgeführt. Weiterhin fand eine Härteprüfung statt. Die Ausgangszustände der Werkstoffe NMn0.71, CNMn0.85, CNMn0.96, CNMn1.07 und GCMn1.20 wurden zusätzlich mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) charakterisiert.

Tabelle 5 und Tabelle 6 enthalten eine grobe Literaturübersicht zur Mikrostrukturentwicklung unter quasistatischer bzw. zyklischer Beanspruchung der hier untersuchten Werkstoffe bzw. Werkstoffe mit vergleichbarer Legierungszusammensetzung.

Ergänzend wurde im Rahmen dieser Studie die Mikrostrukturentwicklung der Werkstoffe NMn0.71, CNMn0.85, CNMn0.96, CNMn1.07 und GCMn1.20 während uniaxialer quasistatischer Beanspruchung mittels EBSD und an zuvor, wie in 2.2.3 beschrieben, ermüdeten Proben mittels EBSD und TEM untersucht. Mittels EBSD wurden je Werkstoff die Gefüge an je einer Probe der Belastungsamplituden:

1.  $\varepsilon_{a,t} = 1,5 \% \text{ ggf. } 1,0 \% (\varepsilon_{a,pl} > \varepsilon_{a,el})$
2.  $\varepsilon_{a,pl} \approx \varepsilon_{a,el}$ ,
3. die jeweils niedrigste zum Versagen der Probe führende Belastungsamplitude ( $\varepsilon_{a,pl} \ll \varepsilon_{a,el}$ )

durchgeführt. Zur TEM Untersuchung wurden je Werkstoff die Gefüge an mindestens je einer Probe der unter 1. und 3. genannten Belastungsamplituden herangezogen.

Weiterhin wurde die Charakterisierung der Oberfläche der Proben im Messbereich, sowie deren Bruchflächen mittels REM vorgenommen.

Die fraktographische Untersuchung der Ermüdungsbruchflächen der CT-Proben nach den Rissausbreitungsversuchen erfolgte mittels REM an allen in 2.1 genannten Werkstoffen. Für die Untersuchung der Mikrostrukturentwicklung unter der Ermüdungsbruchfläche mittels EBSD wurden die Werkstoffe NiMo0.09, NMnMo0.85, CNMn0.96 und GCMn1.20 ausgewählt.

Die zur Charakterisierung der Gefüge verwendeten Methoden sowie die jeweilige Probenpräparation werden in den folgenden Kapiteln beschrieben.

### 2.3.2 Lichtmikroskopie

Im Rahmen mikrostruktureller Untersuchungen bedient man sich im ersten Schritt üblicherweise der Auflichtmikroskopie. Der Aufbau der Optik eines Lichtmikroskops besteht im Wesentlichen aus einem Objektiv und einem Okular. Über Spiegel- und Linsensysteme wird das Licht einer Leuchtquelle durch das Objektiv auf die Probe gelenkt und von deren Oberfläche reflektiert. Im weiteren Verlauf des Strahlengangs wird das Licht wieder durch das Objektiv und dann über Spiegelsysteme einerseits durch das Okular zum menschlichen Auge andererseits zur Digitalkamera für die Darstellung auf dem Bildschirm gelenkt.

Diese Methode bietet den Vorteil mit relativ einfachen Mitteln erste Aussagen über das Gefüge treffen zu können. Bereits im ungeätzten, polierten Schliff sind Poren sowie je nach Art und Größe Einschlüsse bzw. Ausscheidungen nachweisbar. Korngrenzen und Zwillingsgrenzen werden in der Regel erst durch Ätzen einer vorher polierten Probe sichtbar. In Abhängigkeit von der Wahl des Ätzmittels (oft in Verbindung mit polarisiertem Licht) können verschiedene Phasen und Arten von Ausscheidungen unterschieden werden.

Für die lichtmikroskopischen Gefügeuntersuchungen wurde das Lichtmikroskop Olympus BX41 (Hamburg, Deutschland) in Verbindung mit einer Digitalkamera der Firma Leica vom Typ DFC 420, (Heerbrugg, Schweiz) eingesetzt. Der Bildeinzug erfolgt mittels der Software ImageAccess Standard 7 der Firma Imagic Bildverarbeitung AG (Glattbrugg, Schweiz). Die hinterlegte Kalibrierung ermöglicht die Bestimmung der Korngröße. Im Rahmen dieser Studie wurde die Korngröße mittels Linienschnittverfahren in Anlehnung an [56] durchgeführt.

#### *Probenpräparation*

Die Untersuchung des lösungsgeglühten Ausgangszustandes erfolgte an Längsschliffen unverformter Kegel der bei niedrigster Totaldehnungsamplitude belasteten Kegelkopfprouben nach beendetem Ermüdungsversuch.

Der Kegel wurde zunächst vom Messbereich mittels des Nasstrennschleifers vom Typ ATM Brilliant 221 der Firma ATM GmbH (Altenkirchen Westerland, Deutschland) und der Aluminiumoxid Trennscheibe 50A15 der Firma Struers GmbH (Willich, Deutschland) getrennt. Der Vorschub betrug hierbei 1,3 mm/min bei einer Drehzahl von 4000 min<sup>-1</sup>. Ein weiterer Trennvorgang parallel zur Symmetrieachse der Probe durch den Kegel führte zum erforderlichen Längsschnitt. Nach einer Reinigung mit Ethanol folgte das Warmeinbetten in eine Form mit Ø 30 mm mittels der Einbettpresse SimpliMet™ 3000 (Fa. Buehler GmbH, Düsseldorf, Deutschland) und des Einbettmittels EpoMet® F Molding Compound (ebenfalls Buehler GmbH) bei 200 bar und 150 °C. Hiernach wurden die Proben mittels der Schleifmaschine Automet®2 der Firma Buehler (Düsseldorf, Deutschland) bis zu einer Körnung von P1200 geschliffen. Vor der Ätzung wurde die Schliffoberfläche mittels der Poliermaschine RotoPol-31 (Struers GmbH) in mehreren Schritten poliert. Die Endpolitur wurde mittels einer polykristallinen Diamantsuspension der Firma ATM mit 1 µm Körnung durchgeführt. Die Details der Präparation sind in Tabelle 7 angegeben. Ein Beispiel der Probe nach den wesentlichen Präparationsschritten ist in Abbildung 15 dargestellt. Zur Darstellung

des Gefüges wurde abschließend eine Ätzung durchgeführt. Das Ätzmittel wurde in Abhängigkeit vom Werkstoff gewählt und kann Tabelle 8a entnommen werden.

### 2.3.3 Rasterelektronenmikroskopie

Für die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen wurde ein Feldemissionsraster-elektronenmikroskop vom Typ LEO 1530 GEMINI (Carl Zeiss Microscopy GmbH, München, Deutschland) verwendet. Bei dem verwendeten Rückstreuelektronendetektor handelt es sich um einen 4-Quadranten Halbleiter BSE-Detektor (Oxford/Link Tetra BSE-Detector; Fa. Oxfords Instruments GmbH, Wiesbaden, Deutschland). Für die Mikro- und Orientierungsanalyse stand zudem ein kombiniertes Detektorsystem (AMETEK – EDAX, Ametek GmbH, Wiesbaden, Deutschland), bestehend aus einem Apollo X Siliziumdrift-detektor (SDD) mit garantierter Energieauflösung des verwendeten Detektors von 129 eV und der „TEAM 3.11“ Software für die Mikroanalyse sowie der Digiview IV CCD Kamera mit den Softwarepaketen „OIM 6.2 data collection“ und „OIM 6.2 data analysis“ für die Orientierungsanalyse, zur Verfügung.

#### *Fraktographie*

Im Rahmen fraktographischer Untersuchungen wird die Bruchfläche einer Probe bzgl. ihrer Morphologie untersucht. Zur Beurteilung werden sowohl die aus der elastischen (BSE), als auch aus der inelastischen (SE) Streuung der PE resultierenden Signale herangezogen. Zudem können bei Bedarf einzelne Bereiche mittels der Mikroanalyse auf deren chemische Zusammensetzung hin untersucht werden.

#### *Rückstreuelektronenbeugung*

##### Verwendete Darstellungsalgorithmen zur Analyse der EBSD-Daten (Mappings)

Für die Analyse von EBSD-Daten ist bei bestimmten Mappings die Definition eines Kornes von entscheidender Bedeutung. In der verwendeten Software wird die kristallografische Orientierung eines Messpunktes mit den kristallografischen Orientierungen der Nachbarpunkte verglichen. Überschreitet die Winkeldifferenz zweier Punkte einen vom Benutzer frei wählbaren Wert, den sog. „*Grain Tolerance Angle*“, so werden diese zwei Punkte zwei verschiedenen Körnern zugeordnet. Weiterhin kann durch den Benutzer die Mindestanzahl der Messpunkte, die sog. „*Minimum Grain Size*“ festgelegt werden, die erforderlich sind, damit ein Korn als solches identifiziert wird [57].

Im Rahmen dieser Untersuchung wurden die in der Software voreingestellten Standardparameter verwendet. Jedem Scan wird die hexagonale Matrix zugrunde gelegt. Demnach weist jeder Messpunkt 6 Nachbarmesspunkte auf. Der Vorteil gegenüber der quadratischen Matrix ist hierbei der konstante Abstand der Mittelpunkte der Nachbarmesspunkte. Der *Grain Tolerance Angle* beträgt  $3^\circ$ , die *Minimum Grain Size* beträgt 2 Messpunkte.

#### Image Quality Map

In der Image Quality oder auch IQ-Map wird die Qualität der Kikuchi-Pattern mittels einer linearen Grauwertskala dargestellt [57]. Die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Methode zur Darstellung der IQ eines Messpunktes wurde in [58, 59] definiert. Die Qualität der

Kikuchi-Pattern wird durch die mittlere Höhe der im Hough-Raum identifizierten Maxima eines Patterns,  $IQ_{HT}$ , beschrieben:

$$IQ_{HT} = 1/N \sum_{i=1}^N H(\rho_{HR,i}, \theta_{HR,i}) \quad (26)$$

Es sind  $N$  die Anzahl der identifizierten Maxima und  $H$  die Höhe des  $i$ -ten Maximums. Dem Pattern mit niedrigstem  $IQ_{HT}$  wird der Wert schwarz, mit höchstem  $IQ_{HT}$  der Wert weiß und den dazwischenliegenden  $IQ_{HT}$ -Werten die entsprechenden Grauwerte zugeordnet.

### Phase Map

In der Phase Map werden die Bereiche, denen eine bestimmte Phase zugeordnet wurde, in der selben Farbe dargestellt [57].

### Inverse Pole Figure Map

In der Inverse Pole Figure Map oder auch IPF-Map werden die zur, durch den Benutzer, definierten Probenrichtung parallel ausgerichteten kristallographischen Orientierungen in der im Einheitsdreieck festgelegten Farbe dargestellt [57]. Im Rahmen dieser Untersuchung wurde die Verformungsrichtung der untersuchten Proben stets parallel zur im Messsystem als „Rolling Direction“ festgelegten Raumrichtung ausgerichtet. Dementsprechend wird die Nomenklatur zu IPF || RD gewählt.

### Grain Orientation Spread Map

Als Grain Orientation Spread oder GOS wird die mittlere Missorientierung  $\Delta\theta_{GOS}$  der Messpunkte eines als Korn identifizierten Bereiches zur mittleren kristallographischen Orientierung dieses Bereiches bezeichnet [57]. Sie wird bestimmt zu:

$$\Delta\theta_{GOS} = 1/N \sum_{i=1}^N \Delta\theta(P_\mu, P_i) \quad (27)$$

$\Delta\theta(P_\mu, P_i)$  ist hierbei die Missorientierung zwischen einem gedachten Punkt  $P_\mu$  mit der mittleren kristallographischen Orientierung und einem beliebigen Messpunkt  $P_i$  innerhalb desselben Kornes.  $N$  ist die Anzahl der Messpunkte innerhalb des Kornes. In der GOS-Map wird jedes Korn in Abhängigkeit vom  $\Delta\theta_{GOS}$  in einer durch den Benutzer festgelegten Farbe dargestellt.

### Kernel Average Misorientation Map

In der Kernel Average Misorientation Map oder KAM-Map wird die lokale Missorientierung, also die mittlere Abweichung der kristallographischen Orientierung eines als Mittelpunkt einer Umgebung festgelegten Messpunktes  $P_0$  zu seinen Nachbarmesspunkten innerhalb eines als Korn identifizierten Bereiches, farbcodiert dargestellt [57]. Die Anzahl der betrachteten Nachbarmesspunkte bestimmt sich zu:

$$n_{BNM} = \sum_{i=1}^R 6 \cdot i \quad (28)$$

$R$  ist eine ganze Zahl zwischen 1 und 10 und entspricht der Anzahl der vom Mittelpunkt aus betrachteten Ringe auf denen die Nachbarmesspunkte liegen. Analog ist der Radius des betrachteten Bereiches das Produkt aus  $R$  und der durch den Benutzer für den Scan festgelegten Schrittweite (in den Abbildungen mit  $SW$  abgekürzt), also dem Abstand der Messpunkte zueinander. Die Kernel Average Misorientation  $\Delta\theta_{KAM}$  ist dann:

$$\Delta\theta_{KAM} = 1/n_{BNM} \sum_{i=1}^{n_{BNM}} \Delta\theta(P_0, P_i) \quad (29)$$

$\Delta\theta(P_0, P_i)$  ist hierbei die Missorientierung zwischen dem Mittelpunkt  $P_0$  und einem Nachbarpunkt  $P_i$ . Die Wahl von  $R$  und der maximal dargestellten  $\Delta\theta_{KAM}$  sowie der mit  $\Delta\theta_{KAM}$  verknüpften Farbcodierung, bestimmen maßgeblich die Erscheinung eines Mappings für einen Scanbereich. Dementsprechend enthält die gewählte Nomenklatur deren Angabe in der Form: „KAM  $\Delta\theta_{KAM}$  RR“

### Probenpräparation

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen wurden an drei Arten von metallographischen Proben durchgeführt:

1. Kegelkopf, also am unbelasteten Teil einer der Kegelkopfprobenhälften
2. Messbereich einer der Kegelkopfprobenhälften im Längsschliff, also senkrecht zur Bruchfläche und parallel zur Krafteinleitungsachse (s. Abbildung 15)
3. Probe aus dem Bereich der stabilen Rissausbreitung der CT-Probe (im Folgenden CT-Längsschliff genannt), entnommen im Längsschliff, also senkrecht zur Rissausbreitungsrichtung und parallel zur Krafteinleitungsachse (s. Abbildung 16)

Wie bereits in 2.3.2 beschrieben wurden der Kegelkopf und der Messbereich mittels Nasstrennen von der Kegelkopfprobe getrennt. Der Kegelkopf lag bereits im für lichtmikroskopische Untersuchungen präparierten Zustand vor. Der Messbereich wurde, wie in Abbildung 15 gezeigt, zunächst analog zum Kegelkopf eingebettet und geschliffen.

Das Nasstrennen des CT-Längsschliffes erfolgte in mehreren Schritten. Abbildung 16 zeigt eine Hälfte der CT-Probe vor und nach der Durchführung der erforderlichen Trennschnitte (in der Reihenfolge Ts1 bis Ts5).

Die Präparation weicht gegenüber der lichtmikroskopischen Präparation erst ab dem mechanischen Polieren ab (s. Tabelle 10). Die letzte mechanische Politur wurde als sog. Vibrationspolitur unter Eigengewicht ausgeführt. Hierbei wurden eine Anlage vom Typ VibroMet 2 und ein Poliertuch vom Typ MicroCloth der Fa. Buehler, sowie das Aluminiumoxidpoliermittel MasterPrep® der Fa. Struers mit einer Körnung von 0,05  $\mu\text{m}$  eingesetzt. Abschließend folgte, ausgenommen im Fall des GCMn1.20, welches mit 0,5 %-igen Nital leicht angeätzt wurde, das elektrolytische Polieren unter Verwendung einer Anlage vom Typ LectroPol-5 der Fa. Struers. Der verwendete Elektrolyt und die zugehörigen Parameter können Tabelle 8b entnommen werden.

### 2.3.4 Härtemessung

Härte ist als der Widerstand eines Körpers gegen das Eindringen eines härteren Prüfkörpers definiert. Mit steigender Verformung steigt in einem Körper die Versetzungsdichte und als Konsequenz dessen Härte an. Nach Abschluss der EBSD-Messungen wurden Härteverläufe an ausgewählten Proben ausgehend von der Bruchfläche in Richtung des unverformten Gefüges gemessen. Hierfür wurde das Härteprüfverfahren nach Vickers entsprechend [60, 61] verwendet. Eine zusätzliche Präparation war nicht erforderlich.

### 2.3.5 Transmissionselektronenmikroskopie

Bei transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen werden Proben mit Elektronen durchstrahlt. Mit Auflösungen zwischen 0,1°nm und 0,35 nm [62, 63] wird die Darstellung



feinster Gefügestrukturen, die mit keiner der zuvor beschriebenen Methoden erreicht werden kann, möglich. Mittels Feinbereichsbeugung kann die Gitterstruktur ausgewählter Probenbereiche bis zu einer Größenordnung von 50 nm untersucht werden [62-64].

Für die Untersuchungen wurde ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM) mit Wolframkathode vom Typ EM400 (Philips GmbH, Hamburg, Deutschland) bei 120 kV Beschleunigungsspannung verwendet.

### *Feinbereichsbeugung*

Mittels den in Tabelle 9 gegebenen Gitterparametern können so, unter Berücksichtigung der in Tabelle 11 genannten Beziehungen, die kristallographischen Orientierungen der im mittels SAD untersuchten Probenbereich auftretenden Phasen anhand der Miller Indizes bestimmt werden. Die Analyse der Diffraktogramme wurde mittels der Software DIFFR [65] durchgeführt.

### *Probenpräparation*

Für die transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden zwei verschiedene Präparationsmethoden verwendet. Die Bulkpräparation eignet sich als einfache Methode zur Vorbereitung von TEM-Proben aus dem Werkstoffinneren (dem sog. Bulk), die klassische TEM-Querschnittspräparation wird zur Vorbereitung oberflächennaher Bereiche eingesetzt. Beide Präparationsmethoden haben die Erzeugung eines mit Elektronen durchstrahlbaren Bereiches der Dicke von ca. 100 nm in der Probenmitte zum Ziel.

### Bulkpräparation

Die Bulkpräparation wird an der verbleibenden Kegelpfropfenhälfte durchgeführt. Das Präparationsschema und die gewählten Maschinen- bzw. Präparationsparameter können Abbildung 17 und Tabelle 12 entnommen werden. Zunächst wird mittels Nasstrennen die Bruchfläche vom verbleibenden Probenkörper getrennt. Es folgt, ebenfalls mittels Nasstrennen, die Entnahme der späteren Folien. Hierbei wird für die TEM-Untersuchung bevorzugt Folie A verwendet, da diese aus der Mitte des Probenvolumens, dem Bereich mit größtem Anteil der ebenen Dehnung während der Verformung, entnommen wird. Dem Nassschleifen und letzten mechanischen Polieren (mit 1 µm polykristalliner Diamantpaste, ATM, sowie DP-Lubricant Blue & DAC-Poliertuch, Struers) der Folien bis zu einer Dicke von 80 µm folgt das Stanzen der TEM-Bulkproben mit Ø 3 mm. Den Abschluss zur Erzeugung eines durchstrahlbaren Bereiches bilden das elektrolytische Dünnen, gefolgt von der Ionendünnung mittels einer PIPS - Model 691, der Fa. Gatan Inc. (Pleasanton, CA, USA).

### Klassische TEM-Querschnittspräparation

Während im Rahmen der Bulkpräparation eine TEM-Probe aus dem Werkstoffinneren eines Körpers abtragend herausgearbeitet wird, hat die klassische TEM-Querschnittspräparation auch quasigenerativen Charakter, da hier die TEM-Probe aus Einzelkomponenten aufgebaut wird. Das Präparationsschema und die gewählten Maschinen- bzw. Präparationsparameter können Abbildung 18 und Tabelle 13 entnommen werden.

Zunächst werden die Bruchflächen der EBSD-Proben des Kegelpfropfenmessbereiches (s. Abbildung 15c-2) mittels Nasstrennen entnommen und mit der Bruchfläche der zweiten Probenhälfte verheiratet. Hierbei werden die Bruchflächen so zusammengeführt, dass kein Spalt entsteht, was besondere Sorgfalt erfordert. Weiterhin wird analog zu der in [66]

beschriebenen Präparationsvorschrift verfahren. Die Bruchflächen werden mittels eines Zweikomponentenklebers zunächst miteinander und schließlich nach einem für die Passgenauigkeit erforderlichen Nassschleifschritt mit einem Spalt- und einem Mantelrohr zur Vorstufe der TEM-Proben verklebt. Aus dieser Vorstufe werden nun mittels Nasstrennen die TEM-Querschnittsproben hergestellt (Abbildung 18d), die zunächst bis zu einer Dicke von 80  $\mu\text{m}$  nassgeschliffen werden. Den Abschluss zur Erzeugung eines durchstrahlbaren Bereiches bilden das mechanische Dimpelgrinden und die Ionendünnung mittels einer PIPS - Model 691, der Fa. Gatan.

## 3 Ergebnisse

### 3.1 Mikrostruktur der lösungsgeglühten Ausgangszustände

Abbildung 19 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen der Gefüge der untersuchten Werkstoffe im Ausgangszustand. Mit Ausnahme von Ni0.07 und NiMo0.09 weisen alle untersuchten Werkstoffe austenitische Gefüge auf. Der Anteil ferritischer Körner beträgt im Gefüge des Ni0.07 ca. 6 % bis 7 % und des NiMo0.09 ca. 0,5 % bis 1 %. Die Korngrößenverteilung ist bei allen Werkstoffen homogen und weist für die lösungsgeglühten Zustände typische Vickershärten auf (Tabelle 14). Die mittleren Korngrößen der Proben können grob in die Bereiche:

1. 30 bis 50  $\mu\text{m}$  (NiMo0.09, NMn0.90)
2. 60 bis 70  $\mu\text{m}$  (Ni0.07, NMn0.71, CNMn0.85, CNMn0.96)
3. 130 bis 140  $\mu\text{m}$  (NMnMo0.85, CNMn1.07)
4. > 450  $\mu\text{m}$  (GCMn1.20)

eingeteilt werden. Im Gefüge des GCMn1.20 (Abbildung 19c) sind als Folge des Schleudergussprozesses dendritische Strukturen erkennbar, während die für austenitische Gefüge typischen Zwillinge kaum sichtbar sind. Resultierend aus dem Herstellprozess, mit der Erschmelzung nachgelagerten Umform- und Wärmebehandlungsprozessen, weisen die übrigen Werkstoffe für austenitische Gefüge typische Rekristallisationszwillinge auf.

Die mittels EDS erzeugten Elementverteilungsmappings zeigen innerhalb der Gefüge der AHNS und CarNite homogene Verteilungen von Chrom und Mangan (Abbildung 20 und Abbildung 21), was auf die Homogenisierung mittels DESU bzw. ESU zurückzuführen ist. Die Ni-Austenite und der GCMn1.20 zeigen leichte Schwankungen in der Elementverteilung, die dem jeweiligen Herstellprozess geschuldet sind (Abbildung 20). Aufgrund der im Gefüge wirkenden chemischen Potentiale kann dies ein Indiz für Schwankungen in der Verteilung der interstitiellen Legierungselemente bei diesen drei Werkstoffen sein, wie bereits durch *Mujica* in [8] nachgewiesen wurde.

Die Gefüge sind texturfrei (Abbildung 22 und Abbildung 23). Maxima in den Polfiguren des GCMn1.20 sind, trotz der Durchführung mehrerer Messungen mit anschließendem Stitching, zu erkennen und auf dessen Korngröße zurückzuführen. Abbildung 24 zeigt IPF-Mappings am Beispiel der CarNit-Stähle. Anhand der Farbkodierung der Kornorientierungen ist keine Vorzugsorientierung erkennbar. Mit einem lokalen Missorientierungswinkel von  $< 1^\circ$  (Tabelle 14) können die Werkstoffe im technischen Verständnis bzgl. der Eigenspannungen 1. Ordnung als eigenspannungsfrei angesehen werden.

TEM Aufnahmen entsprechend Kap. 2.3.1 ausgewählter Gefüge zeigen im Fall des NMn0.71 und der CarNite bereits im lösungsgeglühten Zustand auftretende planare Versetzungsstrukturen (Abbildung 25a-d). Im Gegensatz hierzu findet man im Gefüge des GCMn1.20 lediglich diffus angeordnete Versetzungen (Abbildung 25e).

Ausscheidungen von Nitriden, Carbiden, oder Carbonitriden sind im vorliegenden Zustand nicht nachweisbar.



## 3.2 Zugversuche

### 3.2.1 Quasistatisches Verhalten der untersuchten Werkstoffe

Die Ergebnisse der Zugversuche in Form technischer Spannung-Dehnung-Kurven sind in Abbildung 26 dargestellt, die numerischen Werte in Tabelle 14 angegeben. Neben den für die Auswertung eines Zugversuches üblichen Größen ist die wahre Bruchspannung  $R_B$ , also die Kraft zum Zeitpunkt des Probenbruches bezogen auf den kleinsten Probenquerschnitt nach dem Probenbruch, bestimmt worden. Als weiteres Maß für die Duktilität wurde die spezifische Bruchenergie  $W_s$ , bestimmt. Mit

$$W_s = \frac{W}{V} = \frac{\int_0^{\Delta L_{max}} F(\Delta L) d(\Delta L)}{S_0 L_0} = \int_0^{(A+0,02)} \sigma_n(\varepsilon_t) d\varepsilon_t \quad (30)$$

entspricht  $W_s$  der Fläche unter der technischen Spannung-Dehnung-Kurve. Dabei sind  $W$  - die Verformungsenergie,  $V$  - Das Volumen des verformten Bereiches,  $F(\Delta L)$  - die bei der Verlängerung  $\Delta L$  der Probe anliegende Kraft,  $S_0$  - die Querschnittsfläche der Probe im Ausgangszustand,  $L_0$  - die Länge der Probe im Ausgangszustand,  $\Delta L_{max}$  - die Länge der Probe bei Bruch inkl. des elastischen Verformungsanteils,  $A$  - die Bruchdehnung,  $\sigma_n(\varepsilon_t)$  - die bei der technischen Dehnung  $\varepsilon_t$  wirkende technische Spannung.

Die druckaufgestickten Werkstoffe NMnMo0.85 und NMn0.90 weisen, gefolgt von den Stählen der CarNit-Gruppe, jeweils die höchsten Streckgrenzen auf. Umgekehrt werden die höchsten Zugfestigkeiten von den Stählen der CarNit-Gruppe, gefolgt von den CrMn(Mo)N-Stählen erreicht. Selbiges gilt auch bzgl. der spezifischen Bruchenergie. Das Streckgrenzenverhältnis und die spezifische Bruchenergie nehmen mit steigender Streckgrenze zu, während die Gleichmaßdehnung von der Streckgrenze unabhängig im Bereich zwischen 42 % und 70 % variiert (Abbildung 28). Eine Korrelation zwischen der Streckgrenze und der Bruchdehnung ist ebenfalls nicht erkennbar. Das Verhalten ausgewählter mechanischer Kennwerte in Abhängigkeit vom Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Elemente ist in Abbildung 29 dargestellt. Während die Zugfestigkeit mit steigendem Gesamtlegierungsanteil bis 1,07 Gew.-%<sub>C+N</sub> zunimmt, erreicht die Streckgrenze bereits bei ca. 0,85 Gew.-%<sub>C+N</sub> bis 0,90 Gew.-%<sub>C+N</sub> das Maximum und fällt danach wieder ab. Die spezifische Bruchenergie zeigt eine zur Zugfestigkeit analoge Tendenz. Jedoch weist der mit 0,90 Gew.-%<sub>C+N</sub> legierte NMn0.90 eine spezifische Bruchenergie von lediglich 630 J/mm<sup>3</sup> auf, während der mit 0,85 Gew.-%<sub>C+N</sub> legierte NMnMo0.85 eine höhere spezifische Bruchenergie von 701 J/mm<sup>3</sup> aufweist. In Abbildung 30 wird das Verhalten derselben Größen für Kohlen- und Stickstoff getrennt betrachtet. Es ist erkennbar, dass die Brucheinschnürung wesentlich vom Kohlenstoff, die Streckgrenze dagegen wesentlich vom Stickstoff beeinflusst wird. Die Zugfestigkeit und die Bruchenergie zeigen eine Abhängigkeit vom Gesamtlegierungsanteil an interstitiellen Legierungselementen. Die wahre Bruchspannung steigt ebenfalls mit zunehmendem Gesamtlegierungsanteil bis zu einem Maximum von 2520 MPa bei 0,96 Gew.-%<sub>C+N</sub> (Abbildung 31). Über 1,07 Gew.-%<sub>C+N</sub> nehmen alle dargestellten Größen zum GCMn1.20 mit 1,20 Gew.-%<sub>C+N</sub> deutlich ab.

### 3.2.2 Verfestigungsverhalten der untersuchten Werkstoffe im Zugversuch

Das Verfestigungsverhalten der untersuchten Werkstoffe kann im Bereich zwischen der Streckgrenze und bis zum Erreichen der Gleichmaßdehnung in guter Übereinstimmung mittels der durch *Soussan et al.* [67] zu

$$\sigma_w = K_1 \varphi^{n_1} + e^{(k_2 + n_2 \varphi)} \quad (31)$$

formulierten *Ludwigson*-Beziehung [68], die eine Erweiterung des ursprünglichen Ansatzes zur Parametrisierung von Verfestigungskurven nach *Ludwik* [69] darstellt, beschrieben werden.  $K_1$  ist der sog. Verfestigungskoeffizient 1. Ordnung und  $n_1$  der sog. Verfestigungsexponent 1. Ordnung. Analog werden  $k_2$  als Verfestigungskoeffizient und  $n_2$  als Verfestigungsexponent 2. Ordnung bezeichnet. Die wahre Spannung  $\sigma_w$  und die wahre Dehnung  $\varphi$  können bis zur Gleichmaßdehnung aus der technischen Spannung  $\sigma_n$  und der technischen Dehnung  $\varepsilon_t$ , wie folgt:

$$\sigma_w = \sigma_n(1 + \varepsilon_t) \quad (32)$$

$$\varphi = \ln(1 + \varepsilon_t) \quad (33)$$

berechnet werden. Abbildung 27 zeigt die Überlagerung der dick dargestellten wahren Spannung-Dehnung-Kurven im Dehnungsbereich ab dem Erreichen der Streckgrenze bis zur Gleichmaßdehnung mit den dünn dargestellten Modellkurven.

Die zur Darstellung nach *Soussan et al.* [67] bestimmten Parameter sind in Tabelle 14 angegeben. Die ermittelten Verfestigungskoeffizienten 1. und 2. Ordnung können mit der Zugfestigkeit und der Streckgrenze korreliert werden und sind analog zu diesen wesentlich vom Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Elemente abhängig.  $K_1$  steigt bis 1,07 Gew.-%<sub>C+N</sub> an, wonach zum GCMn1.20 eine Abnahme der Größe erfolgt (Abbildung 32). Das Verhalten von  $k_2$  weicht vom zuvor beschriebenen Verhalten der Streckgrenze lediglich bzgl. des NMn0.90 ab. Der CrMnN-Stahl weist gegenüber der aus der Streckgrenze resultierenden Erwartungshaltung einen niedrigeren Wert auf. Trotzdem folgt der Verlauf von  $k_2$  über  $R_{p0.2}$  beinahe dem einer Geraden (Abbildung 33).

Die Verfestigungsexponenten  $n_1$  und  $n_2$  bestimmen die Steigung der Verfestigungskurven. Der Verfestigungsexponent 1. Ordnung,  $n_1$ , charakterisiert die Steigung der Verfestigungskurven insbesondere für  $\varphi > 0,15$  und ist grob mit  $R_{p0.2}$  korrelierbar. Ni0.07, NiMo0.09 und GCMn1.20 weisen mit  $n_1 > 0,6$  eine deutlich stärkere Steigung und damit Verfestigung im genannten Bereich gegenüber den untersuchten CrMn(MoC)N-Stählen auf (Abbildung 34). Bei den letztgenannten ist ein Minimum für  $n_1$  im Bereich zwischen 0,85 Gew.-%<sub>C+N</sub> und 0,96 Gew.-%<sub>C+N</sub> denkbar, wobei CNMn1.07 mit  $n_1 = 0,509$  den höchsten Wert und als einziger Werkstoff dieser Stahlgruppe ein  $n_1 > 0,5$  aufweist. Für die übrigen CrMn(MoC)N-Stähle gilt  $0,4 < n_1 < 0,5$ . Der Verfestigungsexponent 2. Ordnung;  $n_2$ , charakterisiert die Steigung der Verfestigungskurven insbesondere für  $\varphi < 0,25$  und ist grob mit  $R_m$  korrelierbar. Die CrNi(Mo)-Stähle weisen mit Werten zwischen -5 und -7 die höchsten Verfestigungsexponenten 2. Ordnung auf (Abbildung 35). Für die Ni-freien Stähle ist eine Abhängigkeit der Größe vom Legierungsgehalt an C+N nicht erkennbar, wobei für  $n_2$  stets  $-20 < n_2 < -15$  gilt.

Abbildung 36 bis Abbildung 38 zeigen die Verfestigungsrate  $d\sigma_w/d\varphi$  über der wahren Dehnung  $\varphi$  ab  $\varphi(R_{p0.2})$  bis zur Gleichmaßdehnung  $A_g$ . Die Kurven sind bis zur wahren Dehnung von ca. 15 % aus den mittels des Dehnungsaufnehmers gemessenen Werten bestimmt, während ab ca. 15 % wahrer Dehnung die der Auswertung zugrunde liegenden Dehnungswerte aus mittels des Wegaufnehmers der Traverse gemessenen Werten entsprechend Gleichung ( 23 ) bestimmt wurden. Allen Kurven gemeinsam ist eine starke Abnahme der Verfestigungsrate bis zur wahren Dehnung von 5 %. Die stärkste Abnahme auf ca. 2,0 GPa weisen hierbei die CrNi(Mo)-Stähle, der GCMn1.20 und der NMn0.71 auf. Die Verfestigungsrate des NMnMo0.85 beträgt hier ca. 2,1 GPa, die des CNMn0.96 ca. 2,2 GPa. Die Werkstoffe NMn0.90, CNMn0.85 und CNMn1.07 weisen mit ca. 2,3 GPa die höchste Verfestigungsrate an diesem Punkt auf. Ab diesem Verformungsstadium unterscheidet sich das Verhalten der Werkstoffe wesentlich voneinander. Bis zur wahren Dehnung von 15 % bleibt die Verfestigungsrate der Werkstoffe NMn0.71, NMn0.90, CNMn0.85 und CNMn1.07 in etwa konstant. Die Werkstoffe NMnMo0.85 und CNMn0.96 weisen einen Anstieg der Verfestigungsrate auf. Gleiches ist für den GCMn1.20 feststellbar, der jedoch starke Schwankungen der Verfestigungsrate um einen gedachten steigenden Mittelwert aufweist. Die CrNi(Mo)-Stähle weisen eine weitere Abnahme der Verfestigungsrate, jedoch mit einer niedrigeren Steigung auf. Ab der wahren Dehnung von 15 % ist für die Werkstoffe NiMo0.09, NMn0.71 und NMn0.90 eine Abnahme der Verfestigungsrate bis zur Gleichmaßdehnung feststellbar. Hierbei ist die Verfestigungsrate des NMn0.90 stets größer, als die des NMn0.71, welche wiederum größer ist, als die des NiMo0.09. Die Verfestigungsrate der Werkstoffe Ni0.07, GCMn1.20 und CNMn1.07 steigt bis zu jeweils der wahren Dehnung von 45 % (Ni0.07) auf 1,8 GPa, 33 % (GCMn1.20) auf 2,4 GPa und 30 % (CNMn1.07) ebenfalls 2,4 GPa. Die Verfestigungsrate der Werkstoffe NMnMo0.85, CNMn0.85 und CNMn0.96 nimmt bis zur wahren Dehnung von 30 % von 2,3 GPa bis zu einem Wert von ca. 2,1 GPa ab, bis zur Gleichmaßdehnung nimmt die Verfestigungsrate dieser Werkstoffe mit höherer Steigung ab. Insgesamt weisen bis zur wahren Dehnung von 18 % die HNS-Stähle NMn0.90 und NMnMo0.85, sowie die CarNite die höchsten Verfestigungsraten auf, während die CrNi(Mo)-Stähle die niedrigsten Verfestigungsraten aufweisen. Der NMn0.71 weist Verfestigungsraten im Bereich dieser beiden Gruppen auf, während der GCMn1.20 als Folge der starken Verfestigungsratenzunahme ab 20% wahrer Dehnung eine zum CNMn1.07 vergleichbare Verfestigungsrate aufweist.

### 3.3 Totaldehnungskontrollierte Ermüdung

Dehnungswöhlerlinien der untersuchten Werkstoffe sind in Abbildung 39 dargestellt. Bei Totaldehnungsamplituden  $\varepsilon_{a,t} > 0,5$  % weisen die Stähle NiMo0.09, Ni0.07 und GCMn1.20, in der genannten Reihenfolge, eine verstärkte Abnahme der Bruchlastspielzahlen gegenüber den CrMn(Mo)N- und CarNit-Stählen bei der jeweils gleichen Totaldehnungsamplitude auf. GCMn1.20 erreicht zudem bei Totaldehnungsamplituden  $\varepsilon_{a,t} \leq 0,5$  %, mit Ausnahme des Durchlaufhorizonts, niedrigere Bruchlastspielzahlen als die übrigen Werkstoffe. Demgegenüber verlaufen die Dehnungswöhlerlinien der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle über den gesamten Lastbereich nahezu in einem Band. Die Bruchlastspielzahlen dieser beiden Stahlgruppen weisen erst ab einer Totaldehnungsamplitude von 0,2 % wesentliche

Unterschiede untereinander auf (Abbildung 40). Hierbei wird das Maximum im Bereich zwischen 0,90 Gew.-%<sub>C+N</sub> und 0,96 Gew.-%<sub>C+N</sub> erreicht.

### 3.3.1 Entwicklung der Spannungsamplituden unter zyklischer Belastung

Abbildung 41 bis Abbildung 49 zeigen die Entwicklung der Spannungsamplituden  $\sigma_a$  über der Lastspielzahl  $N$ . Es sind ausgeprägte Unterschiede im Verlauf der Spannungsamplituden der Werkstoffe Ni0.07, NiMo0.09 und GCMn1.20 im Vergleich zu Spannungsamplitudenverläufen der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle erkennbar.

Das mechanische Verhalten des Ni0.07 (Abbildung 41) ist für Totaldehnungsamplituden  $\geq 0,8\%$  durch einen primären Anstieg der Spannungsamplituden bis zum ca. zehnten Lastwechsel charakterisiert. Es folgt eine Phase mit einem stabilisierten Verlauf der Spannungsamplitude, die bis zu mehrere zehn Lastwechsel betragen kann. Ab spätestens dem hundertsten Lastwechsel erfolgt bis zum Versagen der Proben ein sekundärer Anstieg der Spannungsamplitude. Bei Belastung mit Totaldehnungsamplituden  $\leq 0,3\%$  erfolgt spätestens ab dem zweiten Lastwechsel eine stetige Abnahme der Spannungsamplitude über mehrere tausend Lastwechsel bis ein Minimum erreicht wird. Diesem folgt wiederum ein Anstieg der Spannungsamplitude bis zum Probenbruch.

Der Werkstoff NiMo0.09 zeigt trotz geringfügiger Unterschiede ein zum Ni0.07 vergleichbares Verhalten (Abbildung 42). Für Totaldehnungsamplituden  $\geq 0,8\%$  zeigt sich zunächst ein Anstieg der Spannungsamplituden, dem, nach dem Erreichen eines lokalen Maximums, nach spätestens 20 Lastwechseln eine Abnahme der Spannungsamplitude folgt. Ab hier bleibt die Spannungsamplitude entweder stabil auf einem Niveau, wie bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,8\%$  oder es folgt ein Anstieg der Spannungsamplitude von mehreren hundert bis tausend Lastwechseln, wie bei  $\varepsilon_{a,t} \geq 1,0\%$ , bis zum Probenbruch. Für die Spannungsamplitudenverläufe bei Totaldehnungsamplituden  $\leq 0,3\%$  ist die stetige Abnahme der Spannungsamplitude ab Versuchsbeginn bis zum Versagen der Probe charakteristisch.

Der GCMn1.20 zeigt gegenüber den zuerst beschriebenen Werkstoffen, trotz grundsätzlicher Ähnlichkeiten, weitere Abweichungen in den Spannungsamplitudenverläufen (Abbildung 43). Die zyklische Belastung der Probe mit einer Totaldehnungsamplitude von 1,5 % führt zum konstanten Anstieg der Spannungsamplitude pro Lastwechsel bis zum Versagen der Probe. Bei Totaldehnungsamplituden von 1,0 % und 0,8 % können ein primärer, gefolgt von einem sekundären Anstieg der Spannungsamplitude unterschieden werden. Dieser Verlauf ist bei 1,0 % Totaldehnungsamplitude so schwach ausgeprägt, dass beinahe von einem konstanten Anstieg der Spannungsamplitude bis zum Bruch mit lediglich der halben Spannungsanstiegsrate gegenüber derjenigen bei 1,5 % Totaldehnung gesprochen werden könnte. Bei Belastung der Proben mit Totaldehnungsamplituden zwischen 0,5 % und 0,3 % wachsen die Spannungsamplituden bis zum Erreichen eines Maximums, ab dem eine stetige Abnahme der Spannungsamplitude bis zu deren Stabilisierung kurz vor dem Probenversagen folgt. Totaldehnungsamplituden zwischen 0,2 % und 0,17 % führen zum leichten Anstieg der Spannungsamplitude über bis zu mehrere tausend Lastwechsel. Ab hier verbleibt die Spannungsamplitude bis zum Bruch auf einem konstanten Niveau. Bei Totaldehnungsamplituden  $\leq 0,15\%$  ist ab dem ersten Schwingspiel bis zum Probenversagen keine Veränderung der Spannungsamplitude erkennbar. Bei einer Totaldehnungsamplitude von 0,12 % wird die gewählte Grenzlastspielzahl von  $2 \cdot 10^6$  Lastwechseln erreicht.

Die CrMn(Mo)N- (Abbildung 44 bis Abbildung 46) sowie die CarNit-Stähle (Abbildung 47 bis Abbildung 49) zeigen vergleichbare Verläufe der Spannungsamplituden über der Lastspielzahl. Alle Stähle dieser zwei Gruppen erreichen die maximale Spannungsamplitude bereits im ersten Schwingspiel. Bei Totaldehnungsamplituden  $\geq 0,8 \%$  folgt ab dem zweiten Schwingspiel eine Abnahme der Spannungsamplitude bis zum Probenbruch. Die zunächst hohe Spannungsabnahmerate nimmt ab spätestens dem hundertsten Lastwechsel stark ab. Der Verlauf der Spannungsamplitude in diesem Belastungsbereich erreicht jedoch bis zum Probenversagen kein konstantes Niveau. Bei zyklischer Beanspruchung mit Totaldehnungsamplituden  $0,5 \% \geq \varepsilon_{a,t} \geq 0,3 \%$  folgt ab dem zweiten Schwingspiel die Abnahme der Spannungsamplitude mit einer moderaten Spannungsabnahmerate über mehrere hundert bis tausend Lastwechsel. Der Kurvenverlauf mündet dann in einen stabilen Verlauf mit konstanter Spannungsamplitude. Diesem folgt eine weitere Abnahme der Spannungsamplitude durch Rissfortschritt kurz vor dem Probenbruch. Für Lasthorizonte mit Totaldehnungsamplituden  $\leq 0,2 \%$  ist ab dem ersten Schwingspiel ein konstanter Verlauf der Spannungsamplitude bis zu deren Abnahme kurz vor dem Versagen der Probe charakteristisch. Lediglich für die Werkstoffe NMn0.71 und CNMn1.07 weisen die Spannungsamplituden bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,2 \%$  erst ab einer zwischen  $10^3$  und  $10^4$  liegenden Anzahl ertragener Lastwechsel ein konstantes Niveau auf, dem eine sehr schwache Abnahme der Spannungsamplitude vorausgeht.

Die Spannungsamplituden  $\sigma_a$  bei  $N_B/2$  liegen für die Ni(Mo)-Stähle und GCMn1.20 bei Totaldehnungsamplituden  $\geq 0,3 \%$  deutlich über, für die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle bei allen Totaldehnungsamplituden stets unter der im Zugversuch ermittelten Streckgrenze  $R_{p0.2}$  (Abbildung 50). Mit abnehmender Totaldehnungsamplitude nimmt  $\sigma_a$  bei  $N_B/2$  ab. Das Maximum liegt, analog zu den erreichten Bruchlastspielzahlen, im Bereich zwischen 0,90 Gew.-%<sub>C+N</sub> und 0,96 Gew.-%<sub>C+N</sub>. Die Werkstoffe NMn0.90 und CNMn0.96 erreichen bereits bei einer Totaldehnungsamplitude von 0,2 % die Grenzlastspielzahl von  $2 \cdot 10^6$  Lastwechseln (Tabelle 15) und damit die Dauerfestigkeit  $\sigma_D$ . Diese nimmt für die CrNi(Mo)-Stähle mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt zunächst von 190 MPa (Ni0.07) auf 173 MPa (NiMo0.09) ab. Für die CrMn legierten N- und C+N-Stähle nimmt die Dauerfestigkeit in der Reihenfolge NMn0.71 (290 MPa), CNMn0.85 (320 MPa), NMnMo0.85 (347 MPa), NMn0.90 (389 MPa) und CNMn0.96 (390 MPa) mit zunehmendem Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Legierungselemente Kohlenstoff und Stickstoff zunächst bis 0,96 Gew.-%<sub>C+N</sub> zu, wonach zu höheren Gesamtlegierungsgehalten an Kohlenstoff und Stickstoff deren Abnahme in der Reihenfolge CNMn1.07 (313 MPa) und GCMn1.20 (220 MPa) festgestellt werden kann (Abbildung 51). In Abbildung 52 ist die Dauerfestigkeit über der Streckgrenze dargestellt. Die Dauerfestigkeit liegt stets über 50 % des  $R_{p0.2}$ . Im Fall des CNMn0.96 wird dieser Wert um ca. 80 MPa überschritten.

### 3.3.2 Beschreibung des zyklischen Werkstoffverhaltens mittels der Modelle nach Morrow und Ramberg-Osgood

Da beide Modelle in der doppelt logarithmischen Darstellung Geraden beschreiben, erfolgt die Bestimmung der Parameter  $\sigma'_f$ ,  $\varepsilon'_f$ ,  $b$  und  $c$  und damit auch von  $K'$  und  $n'$  iterativ, bis das Bestimmtheitsmaß der Kurven in beiden Modellen ein Maximum erreicht. Der Ansatz nach Mitchell [70], wobei  $\sigma'_f$  mit der wahren Bruchspannung  $R_B$  substituiert und  $\varepsilon'_f$  unter



Verwendung der Brucheinschnürung  $Z$  berechnet wird, stellt nach *Haibach* [26] einen sich nicht erfüllenden Ansatz dar, der auch im Rahmen dieser Untersuchung nicht zielführend war. Die für beide Modelle bestimmten Parameter sind in Tabelle 15 angegeben. Abbildung 53 bis Abbildung 61 zeigen die Gegenüberstellung, der modellierten Kurvenverläufe mit den Messdaten. Da die Messung kleiner plastischer Dehnungsamplituden schwierig ist, wird in der Literatur z.B. durch *Nieslony et al.* in [32] empfohlen, zur Modellierung der plastischen Verläufe lediglich Lasthorizonte heranzuziehen, für die  $\varepsilon_{a,pl} \geq 0,01 \%$  gegeben ist. Obwohl die Modellverläufe für den plastischen Anteil der Totaldehnungsamplitude bereits für diesen Lasthorizont und Lasthorizonte mit  $\varepsilon_{a,pl} < 0,01 \%$  von den Messwerten stark abweichen, ist das Totaldehnungsverhalten in guter Übereinstimmung mit den Modellen.

Im Gegensatz zum *Basquin*-Koeffizienten  $\sigma'_f$ , der weder ein vom Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Elemente Kohlenstoff und Stickstoff noch von deren Verhältnis abhängiges Verhalten zeigt, sind der *Basquin*-Exponent  $b$ , die *Coffin-Manson* Parameter  $\varepsilon'_f$  und  $c$  sowie die *Ramberg-Osgood* Parameter  $K'$  und  $n'$  in ihrem Verlauf von der C+N-Summe abhängig.

NMn0.71 weist für  $\sigma'_f$  mit 1026 MPa den kleinsten, NMnMo0.85 mit 1210 MPa den höchsten Wert auf. Der *Basquin*-Exponent steigt ab einem Minimum von -0,110 für NiMo0.09 mit zunehmendem C+N-Legierungsgehalt bis in den Bereich zwischen 0,71 Gew.-%<sub>C+N</sub> und 0,90 Gew.-%<sub>C+N</sub> an (Abbildung 62). Das Maximum beträgt -0,082 für den Werkstoff NMn0.90. Hiernach fällt  $b$  bis zum GCMn1.20 auf den Wert von -0,100 ab. Innerhalb der CrMn(Mo)N-Stahlgruppe ist kein eindeutiges Verhalten erkennbar, während  $b$  für die CarNit-Stähle ab dem CNMn0.85 mit -0,087 bis zum CNMn1.07 mit -0,090 stetig sinkt. Der Quotient aus dem *Basquin*-Koeffizienten  $\sigma'_f$  und dem Elastizitätsmodul  $E$  repräsentiert, wie aus Gleichung ( 12 ) abgeleitet werden kann, den elastischen Anteil der Totaldehnungsamplitude bei  $N_B = 0,5$ . Für die untersuchten Werkstoffe schwankt dieser lediglich geringfügig zwischen  $5,18 \cdot 10^3$  (NMn0.71) und  $6,22 \cdot 10^3$  (NMnMo0.85), wie Tabelle 15 zu entnehmen ist. Aus diesem Zusammenhang und unter Berücksichtigung der C+N-Abhängigkeit von  $b$  resultiert für den Verlauf von  $\varepsilon_{a,el}$  in Abhängigkeit vom Gesamtlegierungsgehalt an C+N lediglich ein Unterschied im Abfall der Kurve mit steigender Bruchlastspielzahl, der für die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle eine geringere Steigung aufweist, als für die CrNi(Mo)-Stähle und GCMn1.20.

Der *Coffin-Manson*-Koeffizient steigt ebenfalls mit zunehmendem C+N-Legierungsgehalt beginnend beim Ni0.07 mit 0,074 bis zum Maximalwert von 4,605 beim Werkstoff CNMn0.85 an (Abbildung 63a). Das Maximum wird, sowohl für die Gruppe der CarNit-, als auch der CrMn(Mo)N-Stähle jeweils bei 0,85 Gew.-%<sub>C+N</sub> erreicht. Ab hier nimmt  $\varepsilon'_f$  bis zum GCMn1.20 mit 0,051 stetig ab. Der *Coffin-Manson*-Exponent (Abbildung 63b) sinkt mit zunehmendem C+N-Legierungsgehalt von -0,315 bei 0,07 Gew.-%<sub>C+N</sub> bis, für den Werkstoff NMnMo0.85 mit 0,85 Gew.-%<sub>C+N</sub>, ein Minimum von -0,730 erreicht wird. Analog zum Quotienten aus  $\sigma'_f$  und  $E$  repräsentiert  $\varepsilon'_f$  den plastischen Anteil der Totaldehnungsamplitude bei  $N_B = 0,5$ . Für die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle ist dieser, im Vergleich mit den für die CrNi(Mo)-Stähle und GCMn1.20 gemessenen Werten, bis um den Faktor 90 höher. Gleichzeitig weist der Abfall der Kurven für die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle, im Vergleich mit den CrNi(Mo)-Stählen und GCMn1.20, um den Faktor 1,5 bis 2,5 höhere Steigungen auf.



Aus dem Verhalten der *Basquin* und *Coffin-Manson* Parameter kann demnach, wie bereits in Abbildung 39 und Abbildung 40 gezeigt, abgeleitet werden, dass CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle bei höheren plastischen Anteilen der Belastungsamplitude höhere Bruchlastspielzahlen aufweisen, als die untersuchten CrNi(Mo)-Stähle und der GCMn1.20. Gleichzeitig ist erkennbar, dass mit der Verminderung der Belastungsamplitude, der wirkende plastische Anteil in den Gruppen der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle schneller abnimmt und hieraus auf diesen Lasthorizonten, gegenüber den Werkstoffen NiMo0.09 und GCMn1.20, ebenfalls höhere Bruchlastspielzahlen resultieren. Eine Ausnahme stellt der Werkstoff Ni0.07 dar. Bei Totaldehnungsamplituden  $\leq 0,3 \%$  erreichen die Bruchlastspielzahlen die Größenordnung von NMn0.90 ( $\varepsilon_{a,t} = 0,3 \%$ ) und CNMn0.85 ( $\varepsilon_{a,t} = 0,2 \%$ ) bei plastischen Dehnungsanteilen, die mit denen des NiMo0.09 vergleichbar sind.

Die Übergangslastspielzahl  $N_{\bar{U}}$  sinkt mit zunehmendem Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Elemente Kohlenstoff und Stickstoff (Tabelle 15, Abbildung 64a). Bei gesonderter Betrachtung des Bereiches zwischen 0,85 Gew.-%<sub>C+N</sub> und 1,07 Gew.-%<sub>C+N</sub> fällt jedoch auf, dass hier die  $N_{\bar{U}}$  mit zunehmendem C+N-Legierungsanteil steigt. Zum Erreichen einer hohen Übergangslastspielzahl trägt wesentlich die Differenz zwischen dem plastischen und dem elastischen Anteil der Totaldehnungsamplitude bei, d.h. Werkstoffe, die bei hohen Totaldehnungsamplituden niedrige elastische und hohe plastische Dehnungsamplituden aufweisen, weisen gleichzeitig höhere Übergangslastspielzahlen auf (vgl. Abbildung 64b und c). Die erreichte Bruchlastspielzahl (Abbildung 40) wirkt sich nur unwesentlich auf die Übergangslastspielzahl aus, was aus dem Vergleich des Verhaltens der Werkstoffe NiMo0.07 und NMn0.71 bzgl. dieser drei Parameter geschlussfolgert werden kann. Damit können mittels der Übergangslastspielzahl Rückschlüsse weder bzgl. der ertragenen Lastwechsel bei hohen Totaldehnungsamplituden, noch auf den Totaldehnungshorizont, bei dem die Grenzlastspielzahl erreicht wird, erfolgen. Es ist lediglich die Aussage möglich, dass für Belastungsamplituden, die zum Versagen der Proben vor dem Erreichen der Übergangslastspielzahl führen, für die also  $N_B < N_{\bar{U}}$  gilt, gleichzeitig auch  $\varepsilon_{a,el} < \varepsilon_{a,pl}$  gilt. Analog gilt für Belastungsamplituden mit  $N_B > N_{\bar{U}}$  gleichzeitig  $\varepsilon_{a,el} > \varepsilon_{a,pl}$ .

Der zyklische Verfestigungskoeffizient  $K'$  weist mit 2687 MPa für GCMn1.20 bei 1,2 Gew.-%<sub>C+N</sub> und 2518 MPa für Ni0.07 für diese beiden Werkstoffe die höchsten Werte auf (Abbildung 65a). Ausgehend vom Ni0.07 sinkt  $K'$  zum NiMo0.09 zunächst um ca. 44 % auf 1512 MPa. Für die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle geht mit steigendem C+N-Legierungsgehalt ein Anstieg von 874 MPa (NMn0.71) auf 975 MPa (CNMn1.07) einher. Der Werkstoff NMnMo0.85 weist mit 1004 MPa einen in diesem Bereich über der Tendenz und NMn0.90 mit 897 MPa einen unter der Tendenz liegenden Wert auf. Der zyklische Verfestigungsexponent  $n'$  nimmt mit abnehmendem Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Elemente C+N zunächst bis zum NMn0.90 mit 0,114 ab (Abbildung 65b). Für Ni0.07 ist  $n'$  mit 0,317 am höchsten. Der NiMo0.09 weist mit 0,262 den dritthöchsten Wert auf. Hiernach fällt der Wert für die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle auf unter 0,140 ab. Nach dem o.g. Minimum bei NMn0.90, ist bis zum CNMn1.07 zunächst ein leichter und hiernach bis zum GCMn1.20 ein starker Anstieg auf den zweithöchsten Wert mit 0,286 sichtbar.

Den im Rahmen dieser Untersuchung auftretenden Wertebereich von  $0 < n' < 0,5$  vorausgesetzt und unter Berücksichtigung der Kompatibilität entsprechend den Gleichungen ( 14 ) und ( 15 ) steigt  $K'$  und geht  $1/K'$  gegen 0 mit steigendem  $n'$  für  $0 < \varepsilon'_f < 1$  umso stärker,

je kleiner  $\varepsilon'_f$  ist. Analog sinkt  $K'$  stetig und wächst  $1/K'$  für  $1 < \varepsilon'_f < 5$  auf maximal  $1,85 \cdot 10^{-3}$  ausgehend von dem für NMnMo0.85 auftretenden Maximalwert  $\sigma'_f = 1210$  MPa. Demnach gilt stets  $K' \gg 1$  und damit stets  $1/K' \ll 1$ . Entsprechend wächst die  $n'$ -te Wurzel aus  $1/K'$  mit steigendem  $n'$  für beide Fallunterschiede. Für Stähle mit  $1 < \varepsilon'_f < 5$  wächst diese jedoch schneller, als für Stähle mit  $0 < \varepsilon'_f < 1$ . Für  $\varepsilon_{a,pl}$  mit

$$\varepsilon_{a,pl} = (\sigma_a / K')^{1/n'} \quad (34)$$

nach *Ramberg* und *Osgood* bedeutet dies eine stärkere Zunahme der resultierenden Spannungsamplitude  $\sigma_a$  für Werkstoffe mit einem Coffin-Manson-Koeffizienten im Bereich von  $0 < \varepsilon'_f < 1$  gegenüber der Zunahme von  $\sigma_a$  für Werkstoffe mit Coffin-Manson-Koeffizienten im Bereich von  $1 < \varepsilon'_f < 5$ , wenn  $K'$  sinkt und  $n'$  steigt.

### 3.3.3 Zyklisches Spannung-Dehnung-Verhalten der untersuchten Werkstoffe

Die  $\sigma_a$ - $\varepsilon_{a,t}$ -Kurve aus dem *Ramberg-Osgood*-Modell eignet sich zusammen mit den aus den totaldehnungskontrollierten Ermüdungsversuchen und den in quasistatischen Zugversuchen ermittelten Messwerten zur Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Diagramme der untersuchten Werkstoffe (Abbildung 66 bis Abbildung 74). Für alle bei der Totaldehnungsamplitude von 0,5 % ermittelten Messpunkte ist die gemessene Spannungsamplitude gegenüber der theoretischen Spannungsamplitude abgesenkt. Anhand der Temperaturschriebe ist erkennbar, dass bei dieser Totaldehnungsamplitude in Verbindung mit der gewählten Belastungsfrequenz von 5 Hz im Messbereich der Proben mit Temperaturen von bis zu 80 °C die meiste Wärme dissipiert wird (Abbildung 75). Eine Folge der Querschnittserwärmung ist die Erweichung der Proben. Stellt man die Modellverläufe und zugrunde liegenden Messwerte der Entwicklung der Spannungsamplituden über der Lastspielzahl gegenüber, so ist erkennbar, dass diese nur dann stabil verläuft, wenn der plastische Belastungsanteil unter 0,01 % liegt. Im zyklischen Spannung-Dehnung-Diagramm sind die entsprechenden Messpunkte für die Totaldehnung dem im quasistatischen Zugversuch ermittelten Spannung-Dehnung-Verlauf im elastischen Bereich der Kurve überlagert. Die Entwicklung der Spannungsamplituden über der Bruchlastspielzahl in Verbindung mit den zyklischen Spannung-Dehnung-Diagrammen und den Ergebnissen der Analyse der *Ramberg-Osgood*-Parameter charakterisiert das mechanische Verhalten der Werkstoffe Ni0.07, NiMo0.09 und GCMn1.20 unter Ermüdungsbeanspruchung als zyklisch verfestigend. Demgegenüber wird das Verhalten der CrMn(Mo)N- und der CarNit-Stähle, als zyklisch entfestigend charakterisiert.

## 3.4 Stabile Rissausbreitung und Bestimmung der Bruchzähigkeit

### 3.4.1 Stabiles Rissausbreitungsverhalten

Die Schwellwerte der Spannungsintensität  $\Delta K_{th}$ , ab denen Risse ausbreitungsfähig werden, sind entsprechend Gleichung (18) abgeschätzt worden und in Tabelle 16 angegeben. Hierbei fällt auf, dass der Schwellwertbereich mit 3,7 MPa $\sqrt{m}$  bis 7,1 MPa $\sqrt{m}$  für alle Werkstoffe ein enges Wertefenster umfasst.

Die Rissfortschrittskurven sind in Form von  $da/dN - \Delta K$ -Kurven in Abbildung 76 dargestellt. Hierbei sind  $da/dN$  – die Rissfortschrittsgeschwindigkeit und  $\Delta K$  – die zyklische Spannungsintensität an der Risspitze. In Abhängigkeit von der Probengeometrie, der Streckgrenze und damit dem Werkstoff, der wirkenden Kraft sowie der Risslänge, wurde für die Messwerte die Gültigkeit der LEBM in Anlehnung an [44] und [53] bestimmt. Messwerte im Gültigkeitsbereich der LEBM sind in Abbildung 76 ausgefüllt dargestellt. Weiterhin sind die für die Werkstoffe bestimmten vorläufigen zyklischen Spannungsintensitäten  $\Delta K_Q$  bei der Rissfortschrittsgeschwindigkeit  $da/dN$  von  $9,5 \cdot 10^{-6}$  m/Schwingspiel im Diagramm eingetragen.  $\Delta K_Q$  wird durch Einsetzen von  $R_F$  und Substitution von  $K_{max}$  mit der vorläufigen Bruchzähigkeit  $K_Q$  in Gleichung ( 25 ) berechnet. Somit resultiert das Verhalten von  $\Delta K_Q$  direkt aus dem Verhalten von  $K_Q$ , welches in Kap. 3.4.2 beschrieben wird.

Die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle weisen um ca. den Faktor 10 niedrigere Rissausbreitungsgeschwindigkeiten bei gleicher wirkender zyklischer Spannungsintensität auf, als die untersuchten CrNi(Mo)-Stähle und der GCMn1.20. NMn0.90 weist mit einer Rissausbreitungsgeschwindigkeit von  $5,5 \cdot 10^{-10}$  m/Schwingspiel bei einer Spannungsintensität von  $16,5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  den niedrigsten, NMnMo0.85 mit  $7,9 \cdot 10^{-9}$  m/Schwingspiel bei  $32,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  den höchsten gemessenen Startwert unter den ermittelten Rissfortschrittskurven auf. Im Gültigkeitsbereich der LEBM wurde innerhalb der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stahlgruppe für NMn0.71 mit  $4,1 \cdot 10^{-8}$  m/Schwingspiel bei  $54,2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  der niedrigste und für CNMn0.96 mit  $1,7 \cdot 10^{-7}$  m/Schwingspiel bei  $66,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  der höchste Endwert gemessen. Innerhalb der CrNi(Mo)-Stahl und GCMn1.20 Gruppe wurde für NiMo0.09 mit  $1,1 \cdot 10^{-7}$  m/Schwingspiel bei  $35,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  der niedrigste und für GCMn1.20 mit  $3,1 \cdot 10^{-7}$  m/Schwingspiel bei  $34,9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  der höchste Endwert gemessen. Die  $da/dN - \Delta K$ -Kurve des GCMn1.20 weist im  $\Delta K$ -Bereich von  $21,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  bis  $22,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  eine Abnahme der Rissausbreitungsgeschwindigkeit auf, was mit einer sichtbaren Verzweigung der Rissfront in der Ermüdungsbruchfläche der CT-Probe korreliert werden kann (Abbildung 77).

Die  $da/dN - \Delta K$ -Kurven der untersuchten Werkstoffe können im dargestellten Bereich II mit dem Modell nach *Paris-Erdogan* (Gleichung ( 19 )) beschrieben werden [47]. Die Modellkurven sind in Abbildung 76 als dünne Linien mit den Messwerten überlagert dargestellt. Die numerischen Werte der ermittelten Modellparameter sind in Tabelle 16 enthalten. Abbildung 78 zeigt die Abhängigkeit der *Paris-Erdogan*-Parameter vom Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Legierungselemente Kohlen- und Stickstoff. Der *Paris-Erdogan*-Koeffizient weist keine direkte Abhängigkeit vom C+N-Legierungsgehalt auf. Die bestimmten Werte sind mit  $< 10^{-13}$  m/Schwingspiel jedoch sehr niedrig. Mit  $5,69 \cdot 10^{-19}$  und  $1,43 \cdot 10^{-16}$  m/Schwingspiel ist  $C$  für GCMn1.20 und Ni0.07 am niedrigsten. Der höchste Wert wurde mit  $7,48 \cdot 10^{-14}$  m/Schwingspiel für CNMn0.85 bestimmt.

Dem gegenüber weist der *Paris-Erdogan*-Exponent eine Abhängigkeit vom Gesamtlegierungsgehalt an C+N auf. Mit steigendem C+N nimmt  $m$  zunächst von 5,96 für Ni0.07 zum zweithöchsten Wert auf 4,27 für NiMo0.09 ab. Es folgt die weitere deutliche Abnahme unter einen Wert von 4,0 für die gesamte Gruppe der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle. Das Minimum wird mit 3,34 für CNMn0.85 erreicht. Hiernach steigt der Wert für  $m$  zunächst wieder auf 3,83 (CNMn0.96) an, um im Falle des CNMn1.07 erneut auf 3,52 abzusinken. Abschließend wird für GCMn1.20 mit 7,58 der Maximalwert erreicht.

### 3.4.2 Vorläufige Bruchzähigkeit - $K_Q$

Für die verwendeten Werkstoffe wird nach [44] und [53] lediglich die sog. vorläufige Bruchzähigkeit  $K_Q$  bestimmt. Dies ist der Tatsache geschuldet, dass die im Schwingversuch entsprechend Kap. 2.2.4 eingeleiteten Risse bereits eine Länge erreicht haben, bei der schon kleine Lasten zu Spannungsintensitäten führen, die aufgrund der vorhandenen Restligamentlänge außerhalb des Gültigkeitsbereiches der LEBM liegen. Allerdings muss erwähnt werden, dass die zur Bestimmung einer nach [44] und [53] gültigen Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  zu verwendende Probe im lösungsgeglühten Zustand für die untersuchten Werkstoffe aufgrund ihrer nach [44] anzusetzenden Größe und der damit verbundenen Abkühlzeiten im Inneren der Rohlinge wahrscheinlich nicht herstellbar wäre.

Die im Zerreißversuch aufgenommenen Kraft-Verschiebungs-Kurven sind in Abbildung 79 mit den zur Bestimmung der Kraft  $F_Q$  verwendeten und in [44] und [53] beschriebenen Ursprungsgeraden überlagert dargestellt. Die Kurven entsprechen dem in [44] und [53] beschriebenen Kurventyp I, d.h. die im Versuchsverlauf gemessene Kraft steigt vom Versuchsbeginn bis zum Bruch der Probe, wobei, analog zum technischen Spannung-Dehnung-Diagramm ohne ausgeprägte Streckgrenze, einem Bereich mit linearem Anstieg der Kraft ein weiterer Bereich folgt, der mit zunehmender Verschiebung nur noch geringfügigeren Kraftzuwachs aufweist.

Die vorläufigen Bruchzähigkeitswerte  $K_Q$  sind in Tabelle 16 angegeben. Eine Abhängigkeit vom Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Legierungselemente Kohlen- und Stickstoff ist nicht erkennbar. Abbildung 80 zeigt jedoch eine Korrelation des Verhaltens von  $K_Q$  mit dem Stickstoffgehalt der untersuchten Stähle. Es ist ersichtlich, dass  $K_Q$  mit zunehmendem Stickstoffgehalt steigt. Bei den CrNi(Mo)-Stählen und dem GCMn1.20 mit Stickstoffgehalten unter 0,08 Gew.-%<sub>N</sub> werden Werte unter 65 MPa√m gemessen. Hierbei weist der GCMn1.20 mit 58 MPa√m die niedrigste vorläufige Bruchzähigkeit auf. Der NMn0.71 und die CarNit-Stähle mit Stickstoffgehalten zwischen 0,58 Gew.-%<sub>N</sub> und 0,63 Gew.-%<sub>N</sub> weisen  $K_Q$  Werte im Bereich von 78 MPa√m bis 96 MPa√m auf. Die höchsten  $K_Q$  Werte werden mit 134 MPa√m bzw. 142 MPa√m für druckaufgestickten Stähle NMn0.90 und NMnMo0.85 gemessen. Damit weist der NMnMo0.85 die höchste gemessene vorläufige Bruchzähigkeit unter den untersuchten Werkstoffen auf.

In Abbildung 81 ist die vorläufige Bruchzähigkeit über der im Zugversuch ermittelten spezifischen Bruchenergie dargestellt. Für die CrNi(Mo)-Stähle und GCMn1.20 ist der Zusammenhang scheinbar linear mit einer Steigung von ca. 0,025 MPa√m·(J/mm<sup>3</sup>)<sup>-1</sup>. Dieser Charakter ändert sich für die CrMn(Mo)N und die CarNit-Stähle. Ein Zusammenhang zwischen  $W_s$  und  $K_Q$  ist nicht erkennbar.

## 4 Diskussion

### 4.1 Quasistatische Verformung

Die Wahl der Probengeometrie führt zu gewissen Einschränkungen, die bei der Auswertung bzgl. des quasistatischen Verhaltens berücksichtigt werden müssen. Gegenüber einer Standardprobe für Zugversuche sind, aufgrund der kürzeren Messlänge sowie des breiteren Querschnitts und des damit höheren Verhältnisses von ebenem Dehnungs- zu ebenem Spannungszustand, höhere Spannungswerte der Streckgrenze zu erwarten. Gleichzeitig führt die kürzere Messlänge zur Messung einer höheren Bruchdehnung, da der Anteil der Verlängerung des lokal eingeschnürten Bereiches an der Gesamtverlängerung größer ist.

Ein weiterer Einflussfaktor aus der Versuchsführung sind die gegenüber [9, 40, 41] höheren Abzugsgeschwindigkeiten, die zu höheren Spannungswerten führen können, wie für die Werkstoffe 1.4441 in [40] und 1.4452 in [41] gezeigt werden konnte.

Das duktile Bruchverhalten ist bei allen Proben bereits ohne optische Hilfsmittel anhand der lokalen Brucheinschnürung feststellbar (Abbildung 82). Unterschiede in der Korngröße führen zu unterschiedlich stark ausgeprägtem Orangenhauteffekt der Probenoberflächen im Messbereich und darüber hinaus. Makroskopische Untersuchungen der Bruchflächen zeigen raue, matte Bruchflächen (Abbildung 83). Die Bruchflächen der CrNi(Mo)-Stähle können eindeutig als Trichter-Kegel-Bruch beschrieben werden, während die Bruchflächen der Ni-freien Austenite im Bereich der Probenmantelfläche abwechselnd ausgeprägte Zipfel aufweisen (Abbildung 82a). Mikroskopisch weisen alle untersuchten Proben in unterschiedlichen Bereichen der Bruchfläche unterschiedlich stark ausgeprägte Wabenbildung auf (Abbildung 84). Hinweise auf Unterschiede im Bruchverhalten zwischen den ferritischen und den austenitischen Gefügeanteilen der Stähle Ni0.07 und NiMo0.09 sind anhand der Bruchflächenmorphologie nicht erkennbar, was auf das duktile Bruchverhalten beider Gefügeanteile zurückgeführt werden kann.

Im Folgenden wird das quasistatische Verformungsverhalten anhand der während der Verformung wirkenden mikrostrukturellen Mechanismen erklärt.

Stähle der AISI Stahlgruppen 304 und 304L sind austenitische Stähle, mit bei RT metastabiler Mikrostruktur. Für die Mikrostrukturstabilität ist die chemische Zusammensetzung wesentlich. Bei dem verwendeten Ni0.07 handelt es sich um einen Stahl vom Typ 1.4307, der im angelsächsischen Raum mit  $C < 0,03$  Gew.-% der AISI Stahlgruppe 304L zugeordnet wird. In der gängigen Literatur, z.B. [71-76], werden zumeist Untersuchungen zu Stählen des AISI Typs 304, mit  $C > 0,03$  Gew.-% und  $C < 0,07$  Gew.-% beschrieben. Hierbei geben die meisten Autoren keine Auskunft über den Stickstoffgehalt. *Mertinger et al.* untersuchen in [73] einen Werkstoff vom Typ AISI 304, jedoch mit einem Nickelgehalt von 10,77 Gew.-%<sub>Ni</sub>. Neben dem Kohlenstoff- beeinflussen der Stickstoff- und der Nickelgehalt wesentlich die z.B. nach *Angel* [13] oder *Nohara et al.* [14] bestimmbare  $M_{d30}$  Temperatur, da alle drei Elemente austenitstabilisierend wirken [12, 23, 77]. Gegenüber einem durch *Hahnenberger et al.* in [71, 78] und *Smaga et al.* in [76] untersuchten Stahl vom Typ 1.4301 weist der Ni0.07 eine um ca. 40 MPa niedrigere Streckgrenze bei einer um ca. 30 MPa höheren Zugfestigkeit auf, was bei gleichem Gesamtlegierungsgehalt und anhand der



mikroskopischen Aufnahmen vergleichbarer Korngröße auf den um ca. 0,05 Gew.-% niedrigeren C+N-Gehalt zurückgeführt werden kann. Der geringere Anteil an interstitiellen Legierungselementen erklärt sowohl die niedrigere Streckgrenze, als auch die höhere Zugfestigkeit als Folge der niedrigeren Austenitstabilität des Ni0.07. Nach *Angel* und *Nohara et al.* beträgt die  $M_{d30}$  Temperatur des Ni0.07 33 °C bzw. 2 °C, während die des 1.4301 aus [71, 76, 78] 12 °C bzw. -12 °C beträgt. *Smaga et al.* messen bei RT den Beginn der Bildung von  $\alpha'$ -Fe bei Werten zwischen 10 % und 20 % technischer Dehnung, was ca. 9,5 % bis 18 % wahrer Dehnung entspricht. Nach *Mertinger et al.* beginnt die  $\alpha'$ -Fe Bildung, abgeleitet aus der Lage des lokalen Minimums der Entwicklung der Verfestigungsrate über der wahren Dehnung, bei ca. 8 % bis 15 % wahrer Dehnung bei -40 °C für einen Stahl mit  $M_{d30}$  Temperaturen von -9 °C nach *Angel* bzw. -77 °C nach *Nohara et al.* Analog hierzu beginnt die Bildung von  $\alpha'$ -Fe im Gefüge des Ni0.07 (Abbildung 36a) demnach zwischen 10 % und 20 % wahrer Dehnung, was mit beiden Untersuchungsergebnissen in etwa übereinstimmt. Der im Vergleich zu Literaturangaben für AISI 304 Stähle etwas abweichende Verlauf der wahren Spannung-Dehnung-Kurve und insbesondere der Anstieg der Verfestigungsrate ab einer wahren Dehnung von  $\varphi \approx 15$  % des Ni0.07 bei RT, ist direkte Folge der gegenüber den AISI 304 Stählen höheren Instabilität des austenitischen Gefüges des Ni0.07. Aufgrund der Metastabilität der Mikrostruktur ist das Verfestigungsverhalten der AISI 304 und 304L Stähle sehr komplex. Das Gefüge der Werkstoffe liegt zunächst als  $\gamma$ -Fe vor. *Mangoon et al.* haben in [72] nach dem Lösungsglühen und folgendem Abschrecken in flüssigem Stickstoff bzw. Helium die Bildung von  $\varepsilon$ -Fe, jedoch nicht die Bildung von  $\alpha'$ -Fe beobachtet, was bedeutet, dass das Abschrecken des Ni0.07 mit einer  $M_s$ -Temperatur von -95 °C nach *Eichelmann et al.* [79] bzw. -49 °C nach *Monkman et al.* [80] in Wasser zwangsläufig nicht zur  $\alpha'$ -Fe Bildung führen kann. Das Gleitverhalten unter uni- und biaxialer Zugbelastung wird durch *Murr et al.* [81] anhand der bei niedrigen Dehnungswerten entstehenden Versetzungsstrukturen als eben beschrieben. Bei Verformung kann sowohl eine spannungs-, als auch dehnungsinduzierte Martensitbildung erfolgen. Dehnungsinduziert sind sowohl die  $\gamma$ -Fe  $\rightarrow$   $\varepsilon$ -Fe, als auch die  $\gamma$ -Fe  $\rightarrow$   $\varepsilon$ -Fe  $\rightarrow$   $\alpha'$ -Fe und die  $\gamma$ -Fe  $\rightarrow$   $\alpha'$ -Fe mögliche Phasenumwandlungen. *Lecroisey et al.* [82] sowie *Weiß A. et al.* [83] zeigen, dass bei höheren Verformungsgraden  $\alpha'$ -Fe parallel sowohl aus  $\gamma$ -Fe, als auch aus  $\varepsilon$ -Fe gebildet wird und der  $\varepsilon$ -Fe Anteil im Gefüge deutlich zurückgeht, wenn nicht gänzlich aufgebraucht wird. Die Bildung von Martensit stellt nachweislich, s. *Perdahcioglu et al.* [84], *Weiß A. et al.* [83] und *Mertinger et al.* [73], einen Mechanismus zum Abbau innerer Spannungen im Werkstoff dar. Die starke Verfestigung ist demnach eine Folge

1. des Mangels an  $\gamma$ -Fe oder  $\varepsilon$ -Fe, welches für die weitere Umwandlung zu  $\alpha'$ -Fe nicht mehr zur Verfügung steht, d.h. weitere Versetzungsbewegung nicht in der  $\gamma$ -Phase erfolgen kann, sondern mit höherem Widerstand in der  $\alpha'$ -Phase erfolgen muss, oder
2. des Einsetzens eines möglichen dynamischen Hall-Patch-Effektes oder
3. der Mischung aus beiden.

Der verwendete NiMo0.09, bei dem es sich um einen Stahl vom Typ 1.4404 handelt, wird im angelsächsischen Raum der AISI-Stahlgruppe des Typs 316L zugeordnet. Betrachtet man dessen nach *Angel* [13] und *Nohara et al.* [14] bestimmte  $M_{d30}$  Temperaturen von -9 °C und -74 °C so handelt es sich, wie beim in [40] verwendeten Stahl 1.4441, um einen stabilen austenitischen Stahl. Im Gegensatz zu dieser theoretischen Annahme wird in der



experimentellen Praxis die dehnungsinduzierte  $\gamma$ -Fe  $\rightarrow$   $\alpha'$ -Fe Phasenumwandlung bei RT-Verformung für Legierungen der Typen 316, 316L und 316LN beobachtet. So weisen *Solomon et al.* in [85] für eine Legierung mit ca. 17,0 Gew.-%<sub>Cr</sub> und 10,5 Gew.-%<sub>Ni</sub>  $\alpha'$ -Fe nach. *Manjanna et al.* [86] nach Druckumformung und *Varma et al.* [75] konnten  $\alpha'$ -Fe nach Druck- bzw. Walzumformung in noch höher legierten Stählen der Typen 316 und 316LN mit bis zu 17,3 Gew.-%<sub>Cr</sub> bei 13,5 Gew.-%<sub>Ni</sub> nachweisen. Im Fall der uniaxialen Zugverformung wurde in [75] jedoch kein  $\alpha'$ -Fe nachgewiesen. Für den 1.4441 aus [40] wurde weder durch *Göbbeler* in [40], noch durch *Weiß S.* in [87] eine dehnungsinduzierte Phasenumwandlung nachgewiesen. Bei quasistatischer Verformung wird in den zur Verformungsrichtung {001} orientierten Körnern Versetzungszellbildung, in den {111} orientierten Körnern Zwillingsbildung auf mehreren Gleitsystemen beobachtet [87]. Die stete Abnahme der Verfestigungsrate (Abbildung 36b) könnte demnach das Resultat eines lediglich geringen Beitrages der Zwillingsbildung zur Verfestigung sein. Im Gegensatz zum 1.4441, der kein  $\delta$ -Ferrit aufwies, ist für den hier verwendeten NiMo0.09 ein  $\delta$ -Ferrit Anteil von 0,5 % bis 0,8 % experimentell bestimmt worden. In [88] zeigen *Muterlle et al.*, dass mit steigendem  $\delta$ -Ferrit Anteil die Streckgrenze, die Zugfestigkeit, die Härte und die Dauerfestigkeit von mittels Metallpulverspritzgießens hergestellten austenitischen Stählen vom Typ AISI 316L steigen, während deren Duktilität sinkt. Der 1.4441 aus [40] zeigt jedoch bzgl. der quasistatischen Festigkeiten zum NiMo0.09 vergleichbare Werte. Die Duktilität ist um ca. 25 % verringert, während die Dauerfestigkeit ca. 40 MPa höher ist. Aufgrund der kleineren Korngröße des NiMo0.09 könnte dieser Unterschied auf den Legierungsanteil zurückgeführt werden. Dieser ist beim 1.4441 um insgesamt ca. 5,2 Gew.-% höher, während der C+N-Gehalt um 0,028 Gew.-% niedriger ist, als der des NiMo0.09.

Das Gussgefüge des GCMn1.20 ist mit der mittleren Korngröße von 460  $\mu\text{m}$  gegenüber der durch *Riedner* in [9] untersuchten Variante des sog. Hadfield-Stahls in geschmiedeter Ausführung mit der mittleren Korngröße von 68  $\mu\text{m}$  wesentlich grobkörniger. Die Differenz bzgl. des Gesamtlegierungsgehaltes beträgt 0,16 Gew.-%, während die Abweichung im C+N Gehalt lediglich 0,001 Gew.-% beträgt, wobei *Riedner* einen N-Gehalt von 0,009 Gew.-% angibt, während die Messungen für den GCMn1.20 keinen N-Gehalt ausweisen. Die in [9] gemessenen mechanischen Kennwerte sind für alle ermittelten Größen höher. Lediglich die Brucheinschnürung ist für beide Werkstoffe gleich. In der weiterführenden Literatur ist für den Hadfield-Stahl eine breite Streuung mechanischer Eigenschaften bei fehlender Angabe der Fertigungswege der Halbzeuge genannt. *Quian et al.* nennen in [89], für einen Hadfield-Stahl mit 1,2 Gew.-%<sub>C</sub> und 12,4 Gew.-%<sub>Mn</sub> und einem Gefüge mit Körnern der Größenordnung 100  $\mu\text{m}$  bis 250  $\mu\text{m}$ , mit den in dieser Arbeit und zu [9] vergleichbare Messwerte, während *Bayraktar et al.* in [90] für einen Hadfield-Stahl mit 1,2 Gew.-%<sub>C</sub> und 12 Gew.-%<sub>Mn</sub> mit vergleichbarer Korngröße zur *Riedner*-Legierung bei Raumtemperatur wesentlich höhere mechanische Kennwerte nennen. Die genannte Streckgrenzenspanne beträgt  $420 \pm 30$  MPa, die Zugfestigkeitsspanne  $1350 \pm 250$  MPa und die Bruchdehnungsspanne  $55 \pm 20$  %. Die Spannung-Dehnung-Kurve des GCMn1.20 weist im Bereich der plastischen Verformung einen sägezahnförmigen Verlauf auf, was ein Indiz für das Auftreten der dynamischen Reckalterung bzw. des Portevin- Le Châtelier Effektes unter den gewählten Versuchsbedingungen ist. Dieses Verhalten wird bei Stählen im Legierungssystem Fe-Mn-C in der Literatur wiederholt beschrieben [91-94]. Der Vergleich

der wahren Spannung-Dehnung-Kurve mit der durch *Adler et al.* [95] zeigt einen bzgl. der Krümmung vergleichbaren Verlauf auf abgesenktem Spannungsniveau, was auf das grobe Korn des GCMn1.20 zurückgeführt werden kann. Das mechanische Verhalten des Werkstoffes im Zugversuch wird in Arbeiten von *Dastur et al.* [94] und *Owen et al.* [96] hauptsächlich auf die dynamische Reckalterung und die starke Wechselwirkung von in Mn-C Klustern übersättigt gelösten C-Atomen mit Versetzungen zurückgeführt. *Adler et al.* (u.a. *Owen*) gehen in [95] zusätzlich von Zwillingsbildung und dem damit verbundenen dynamischen Hall-Patch-Effekt sowie der Pseudozwillingsbildung als zusätzlichen Verfestigungsmechanismen aus. Die Entstehung von Zwillingen führt zum Abbau innerer Spannungen während der Umformung bei niedriger wahrer Dehnung und so zur Verminderung der Verfestigungsrate (Abbildung 36c). Bei höheren Dehnungswerten führt die Verkürzung der freien Weglänge für das Gleiten von Versetzungen als Resultat der Zwillingsbildung zur Zunahme der Verfestigungsrate. Bei der Pseudozwillingsbildung ist der Beitrag des ungleichmäßig im Gefüge verteilten und gleichzeitig in Oktaederlücken gelösten Kohlenstoffes wesentlich. Der Wechsel der substitutiv gelösten Atome aus ihrer Position über unbesetzten Tetraederlücken zur neuen Position über durch den Kohlenstoff besetzten Oktaederlücken während der Zwillingsbildung wandelt die Oktaederlücken zu Tetraederlücken, was, mangelnde Diffusion des Kohlenstoffs vorausgesetzt, lokal zu einem Verzerrungszustand des Gitters führen kann, der vergleichbar mit demjenigen des tetragonal zentrierten martensitischen Gitters bei härtbaren C-Stählen ist. Die Legierungszusammensetzung des GCMn1.20 führt nach *Saeed-Akbari et al.* [97] zu einer stabilen austenitischen Phase im Legierungssystem Fe-Mn-C. Die gemessene Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SFE}$  erhärtet diese Annahme mit einem gemessenen Wert von  $\gamma_{SFE} > 40 \text{ mJ/m}^2$ , die zusätzlich durch die Beobachtungen in [94, 95, 98] bestätigt wird, da die dehnungsinduzierten  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha'\text{-Fe}$  bzw.  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \varepsilon\text{-Fe}$  Phasenumwandlungen weder mittels Mößbauerspektroskopie, noch mittels Röntgendiffraktometrie, noch durch Feinbereichsbeugung im TEM nachgewiesen wurden. Trotzdem können die genannten dehnungsinduzierten Phasenumwandlungen nicht vollständig ausgeschlossen werden, da z.B. *Astafurova et al.* in Einkristallen nach „high-pressure torsion“ [99]  $\varepsilon\text{-Fe}$  und *Gauzzi et al.* mittels TEM-Feinbereichsbeugung in Hadfield-Stählen sowohl  $\alpha'\text{-Fe}$  als auch  $\varepsilon\text{-Fe}$  nach 40 % Dickenreduzierung in kaltgewalzten Blechen [100] nachgewiesen haben.

Für den Werkstoff 1.3816, der mit dem NMn0.71 verglichen werden kann, werden in [101] von *Gavriljuk et al.* für ebenfalls eine unbestimmte Anzahl von Chargen mit minimalem Gesamtlegierungsanteil von 38,3 Gew.-% bei 0,55 Gew.-%<sub>C+N</sub> und maximalem Gesamtlegierungsanteil von 39,5 Gew.-% bei 0,60 Gew.-%<sub>C+N</sub> die mittlere Streckgrenze von 500 MPa, die mittlere Zugfestigkeit von 830 MPa bei der mittleren Brucheinschnürung von 79,0 % und der mittleren Bruchdehnung von 53,0 % genannt. Die Bildung von  $\varepsilon\text{-Fe}$  wird durch *Gavriljuk et al.* erst bei einer Kaltaufweitung der Kappenringe, aus denen die Proben entnommen wurden, von 34,5 % beobachtet. Das Auftreten von  $\alpha'\text{-Fe}$  wird nicht nachgewiesen. Dem gegenüber ist in Untersuchungen von *Koutsky et al.* [102] die Bildung von  $\varepsilon\text{-Fe}$  nach quasistatischer Druckverformung von 10 % und die Bildung von  $\alpha'\text{-Fe}$  in der Probenoberfläche nach quasistatischer Druckverformung von 50 % nachgewiesen worden. Sowohl *Gavriljuk et al.*, als auch *Koutsky et al.* beschrieben das Gleitverhalten als eben und beobachten neben der dehnungsinduzierten Phasenumwandlung die Bildung von

Stapelfehlern und Zwillingen. Trotz der niedrigen Stapelfehlerenergie von  $20 \text{ mJ/m}^2$  (Tabelle 14) neigt der NMn0.71 unter Zugbeanspruchung bevorzugt zur Zwillingsbildung, als zur dehnungsinduzierten Phasenumwandlung, was der in den Ergebnissen von *Blyzynuk et al.* [103] beschriebenen Tendenz zur Austenitstabilisierung durch Stickstoff entspricht, die mit zunehmendem Mn- und N-Legierungsgehalt bereits bei 0,1 Gew.-%<sub>N</sub> deren starke Zunahme feststellen konnten.

*Taillard et al.* untersuchen in [104] den Werkstoff 1.3815, der mit dem NMn0.90 verglichen werden kann, mit der Streckgrenze von ca. 550 MPa und der Zugfestigkeit von ca. 950 MPa im lösungsgeglühten Zustand und weisen rein planares Versetzungsgleiten, sowie die Bildung von Stapelfehlern und Verformungszwillingen bei quasistatischer Verformung im Zugversuch nach.

Im Vergleich mit dem 1.4452 aus [41] werden für den verwendeten NMnMo0.85 annähernd die gleiche Cr- und Ni-Äquivalente bestimmt. Der 1.4452 weist gegenüber dem NMnMo0.85 einen um 0,9 Gew.-% niedrigeren Gesamtlegierungsanteil, bei ca. 0,06 Gew.-% höherem C+N-Gehalt und kleinerer Korngröße mit durchschnittlich  $103 \mu\text{m}$  Korndurchmesser auf. *Tikhovskiy* bestimmt in [41] bei der 0,63-fachen Abzugsgeschwindigkeit die Streckgrenze zu 548 MPa und die Zugfestigkeit zu 992 MPa, bei 3,9-facher Abzugsgeschwindigkeit wird die Streckgrenze mit 590 MPa und die Zugfestigkeit mit 1020 MPa angegeben. *Gavriljuk et al.* nennen für eine unbestimmte Anzahl von Chargen des 1.4452 mit minimalem Gesamtlegierungsanteil von 32,2 Gew.-% und 0,84 Gew.-%<sub>C+N</sub> und maximalem Gesamtlegierungsanteil von 34,5 Gew.-% und 0,92 Gew.-%<sub>C+N</sub> in [101] die mittlere Streckgrenze von 610 MPa, die mittlere Zugfestigkeit von 930 MPa bei der mittleren Bruchdehnung von 77,5 % und der mittleren Bruchdehnung von 56,7 %.  $\varepsilon$ -Fe wird in der Mikrostruktur des 1.4452 bereits nach 22,2 % Kaltaufweitung des beprobten Kappenringes nachgewiesen. Im Gefüge von im uniaxialen Zugversuch verformten Proben weisen *Weiß S. et al.* in [87, 105, 106] ebenes Gleitverhalten in gleichzeitig mehreren Gleitsystemen nach. Die Mikrostruktur zeigt, neben Stapelfehlern und Verformungszwillingen, nadelig ausgebildetes  $\varepsilon$ -Fe mit  $\alpha'$ -Fe an den Kreuzungspunkten der  $\varepsilon$ -Fe-Nadeln.

Aus dem Vergleich der chemischen Analysen der Werkstoffe CN0.85, CN0.96 und CN1.07 aus [9] mit den hier verwendeten CarNit-Stählen geht hervor, dass es sich bei CNMn0.96 und CN0.96 sowie CNMn1.07 und CN1.07, um Material derselben Charge handelt. Dagegen entstammt der CNMn0.85 nicht derselben Charge, wie der CN0.85, was anhand der Legierungsanteile des Mangans, Molybdäns und Siliziums festgemacht werden kann. Die Differenz im Gesamtlegierungsanteil der beiden Chargen beträgt lediglich 0,07 Gew.-%. CN0.85 und CNMn0.85 weisen bzgl. Streckgrenze, Zugfestigkeit und Gleichmaßdehnung trotz unterschiedlich gewählter Probengeometrie äußerst geringe Abweichungen auf, was zu ebenfalls sehr ähnlichen Parametern nach *Soussan et al.* führt. Bei CNMn0.96 und CNMn1.07 scheint die Versuchsführung zur Abnahme der Gleichmaßdehnung gegenüber den durch *Riedner* in [9] bestimmten Werten zu führen, was bei vergleichbarer Streckgrenze und Zugfestigkeit einen steileren Anstieg der gemessenen Fließkurven im Bereich zwischen Streckgrenze und Zugfestigkeit bedeutet. Der Unterschied ist jedoch so geringfügig, dass sich die nach *Soussan et al.* parametrisierten Kurven aus [9] und die aus dieser Untersuchung weitestgehend überlagern. Die Mikrostruktur der CarNit-Stähle im uniaxialen Zugversuch scheint mit der des 1.4452 vergleichbar zu sein. *Berns et al.* und *Gavriljuk et al.* weisen in

[107, 108] für den CNMn0.96 ebenes Gleitverhalten in mehreren Gleitsystemen nach. Hierbei wird bevorzugt Zwillingsbildung beobachtet.  $\varepsilon$ -Fe wird ab einer Verformung von 50 % nachgewiesen.  $\alpha'$ -Fe konnte nicht nachgewiesen werden. Da die geometrischen Bedingungen an den Kreuzungspunkten der  $\varepsilon$ -Fe-Nadeln mit denen im 1.4452 übereinstimmen, kann jedoch die Bildung von  $\alpha'$ -Fe nicht ausgeschlossen werden.

Die hohen konstant bleibenden Verfestigungsraten der CrMn(Mo)N- (Abbildung 37) bzw. ansteigenden Verfestigungsraten der und CarNit-Stähle (Abbildung 38) sind ein Indiz für das frühe Einsetzen von Verformungszwillingsbildung, wie durch Untersuchungen an Fe-Mn-C-TWIP Stählen bereits mehrfach gezeigt werden konnte [109-113]. Ein zunehmender Kohlenstoffanteil scheint die Zunahme der Verfestigungsrate über einen weiten Dehnungsbereich zu begünstigen (CNMn1.07, GCMn1.20), während diese mit steigendem Stickstoffanteil bei höheren Dehnungswerten schneller abnimmt (NMn0.71, NMn0.90). Als Erklärungsansatz ist ein Mechanismus ähnlich der Pseudozwillingsbildung des GCMn1.20 denkbar. Nach *Shanina et al.* [114] nimmt die Nahordnung im Mischkristall der CarNit-Stähle mit steigendem Kohlenstoffgehalt ab. Hiermit steigt die Wahrscheinlichkeit zur Bildung von Mn-Mn, Mn-Cr und Cr-Cr Klustern [115]. Da dies zur Änderung chemischer Potentiale im Mischkristall führen kann und zumindest für Eisen bekannt ist, dass die Fe-C Bindungsenergien größer sind, als die Fe-N Bindungsenergien, ist auch für die interstitiellen Legierungselemente eine moderate Entmischung denkbar, die lokal zu Verzerrungszuständen ähnlich denen im Hadfield-Stahl führen könnte. Der Einfluss der Stapelfehlerenergie ist aufgrund der ähnlichen Streubreiten nicht nachvollziehbar (Tabelle 14). Die Behinderung der Zwillingsbildung durch abnehmende Korngröße kann nicht völlig ausgeschlossen werden. Entsprechende Studien von *Dini et al.* [110], *Gutierrez-Urrutia et al.* [111, 112] und *Kang S. et al.* [116] zeigen einen Einfluss jedoch erst unterhalb einer Korngröße von 20  $\mu\text{m}$  auf. Vergleicht man die Literaturdaten mit den aktuellen Messergebnissen, so zeigt sich, dass die stickstofffreien TWIP-Stähle bei vergleichbaren Korngrößen niedrigere Verfestigungsraten als die CarNit-Stähle und etwa auf dem Niveau des NMn0.71 aufweisen, was damit auf den Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Elemente zurückgeführt werden könnte, der max. mit 0,6 Gew.-%C angegeben ist.

Von der Bruchfläche ausgehend aufgenommene Härteprofile weisen auf eine hohe Verformung der Proben im Messbereich hin (Abbildung 85). Die Härtezunahme an der Bruchfläche beträgt gegenüber dem Ausgangszustand zwischen 97 % (CNMn0.85, 552 HV10) und 156 % (Ni0.07, 410 HV10). Mit dem Abstand zur Bruchfläche sinkt die Härte annähernd linear ab. Die niedrigsten gemessenen Werte sind gegenüber dem Ausgangszustand zwischen 45 % (NMnMo0.85) und 120 % (Ni0.07) erhöht. Die höchsten Härtewerte im Profilverlauf weist ab dem zweiten Messwert der CNMn1.07 auf. Die Härteprofile des CNMn0.85, des CNMn0.96 und NMnMo0.85 verlaufen über die ganze Messlänge auf gleichem Niveau und mit Ausnahme des Wertes direkt an der Bruchfläche etwa 40 HV10 bis 60 HV10 unterhalb der Härtewerte des CNMn1.07. Das Härteprofil des NMn0.71 verläuft etwa 100 HV10 unterhalb des Profils des CNMn1.07. Das Härteprofil des NiMo0.09 verläuft etwa 200 HV10 unterhalb des Profils des CNMn1.07. Allen Profilen gemeinsam ist eine vergleichbare Steigung. Demgegenüber verlaufen die Profile des Ni0.07 und des GCMn1.20 im Bereich zwischen den Profilen des NMn0.71 und NiMo0.09 mit ca. der halben Steigung. Die maximale Härte an der Bruchfläche ist mit  $K_1$  und  $R_m$ , die relative Härtezunahme der



Bruchflächenhärte ist mit  $n_1$  korrelierbar (Abbildung 86). Die wesentlichen Unterschiede in der Mikrostrukturentwicklung des Ni0.07 und GCMn1.20 gegenüber den übrigen Werkstoffen, auf die die Abweichung der Steigung am wahrscheinlichsten zurückgeführt werden kann, sind die Phasenumwandlung des Ni0.07 hin zu hohen Anteilen an  $\alpha'$ -Fe aufgrund der Metastabilität und die Pseudozwillingsbildung des GCMn1.20, die, wie bereits beschrieben, zu Gitterverzerrungszuständen führt, die mit denjenigen von härtbaren C-Stählen verglichen werden können.

Die Mikrostruktur der CarNit-Stähle zeigt im Bereich der Messlänge bei ca. 4 mm Abstand zur Bruchfläche Kornverlängerungen von 54,0 % für CNMn0.85, 56,2 % für CNMn1.07 und 59,8 % für CNMn0.96 (Abbildung 87). Die Kornverlängerung des NMn0.71 beträgt an diesem Probenabschnitt 48 %, während die des GCMn1.20 aufgrund der Grobkörnigkeit nicht ermittelt werden konnte. Die mittels EBSD vermessene Fläche in diesem Probenbereich weist bis auf den GCMn1.20 einen Anteil von 90 % mit einer KAM von min.  $2,5^\circ$  auf. Bis zu einem Abstand von 10 mm zur Bruchfläche fällt dieser Anteil lediglich beim CNMn1.07 auf ca. 60 %. Im gesamten vermessenen Bereich aller drei Proben wird die KAM von  $1,5^\circ$  nicht unterschritten. Die abweichende KAM des GCMn1.20 ist dessen Grobkörnigkeit geschuldet. An den Korngrenzen treten KAM Werte von bis zu  $5^\circ$  auf (Abbildung 88a), was auf Versetzungsaufstau oder die Bildung geometrisch notwendiger Versetzungen bei Verformungsvorgängen an den Korngrenzen zurückzuführen ist. Das Korninnere hingegen ist von lokalen Unterschieden dieser Größenordnung jedoch weitestgehend frei. Durch das bereits in 10 mm Abstand zur Bruchfläche stark ausgeprägte Verformungszwillingsnetzwerk (Abbildung 88b) erkennt die Analyseautomatik des EBSD aufgrund der hinterlegten Korndefinition die Verformungszwillinge und dazwischenliegende Bereiche als einzelne Körner, die für sich betrachtet lediglich geringe GOS Werte aufweisen (Abbildung 88c).

Bei den weißen Flächen im Messbereich dieser und folgender Mappings handelt es sich um Bereiche, die aufgrund der starken Verformung nicht zuverlässig indiziert werden konnten und einen CI-Wert von kleiner 0,1 aufweisen. Im Vergleich zum in Abbildung 24 dargestellten Referenzgefüge treten im stark verformten Gefüge der Proben im Bereich bis zum Abstand von 4 mm zur Bruchfläche (Abbildung 89a bis c) fast ausschließlich  $\{111\}$ ,  $\{001\}$  und auf der Verbindungslinie im Wulfschen Netz zwischen diesen beiden Orientierungen vorkommende Orientierungen, erkennbar an der pinken bis violetten Farbe, auf. Die inversen Polfiguren der Werkstoffe (Abbildung 89d bis e) bestätigen die Entstehung einer deutlichen  $\{111\}$  und einer schwächeren  $\{001\}$  Faser parallel zur Verformungsachse der Proben. Die Texturentwicklung ist in Abbildung 90 anhand des CNMn1.07 dargestellt. In den IPF  $\parallel$  RD – Mappings ist mit abnehmendem Abstand zur Bruchfläche der Abbau von  $\{101\}$  und zwischen dieser Orientierung und der  $\{100\}$  –  $\{111\}$  Verbindungslinie liegender Orientierungen erkennbar. In [87] wird eine ähnliche Texturentwicklung des 1.4452 im Vergleich zwischen dem lösungsgeglühten und dem 20 % kaltverformten Zustand gezeigt. Während die Körner mit  $\{111\}$  Orientierung GOS Werte von bis zu  $7,5^\circ$  aufweisen, sind bei Körnern mit  $\{001\}$  Orientierung häufig GOS Werte bis zu  $25^\circ$  messbar (Abbildung 90g bis j). Ein besonders gutes Beispiel stellt das im linken unteren Bildbereich der Abbildung 90d und Abbildung 90i dargestellte Korn mit zwei Rekristallisationszwillingen dar. Hier weisen die  $\{111\}$  orientierten Gefügeanteile einen GOS Wert von max.  $5^\circ$  auf, während die  $\{001\}$  orientierten Gefügeanteile GOS Werte von über  $10^\circ$  aufweisen. Der sichtbare Abbau z.B.

der {101} Orientierungen in Verbindung mit hohen GOS Werten sind ein Indiz für das Eindrehen der Körner, welches über Versetzungsbewegung und Erhöhung der Versetzungsdichte erfolgt. Zur Bruchfläche hin ist eine Abnahme der GOS Werte auffällig. Dies kann mit der Ausbildung von Strukturen im Gefüge erklärt werden, die lokal zu Orientierungsabweichungen von Messpunkt zu Messpunkt führen, so dass die EBSD Analyseautomatik eine Korngrenze erkennt. Das führt zwangsläufig zu kleineren Körnern mit weniger Messpunkten, die unter Umständen eine geringere Orientierungsabweichung untereinander aufweisen, so dass hohe GOS Werte nicht auftreten. Ein ähnliches Phänomen wird von *Berbier et al.* in [109] berichtet. Ausgehend vom lösungsgeglühten Zustand steigt der Texturpeak von 1,147 mit abnehmendem Abstand zur Bruchfläche auf 5,737 im mittleren Abstand zur Bruchfläche von 1 mm. Anhand der inversen Polfiguren ist deutlich die zunehmende Ausprägung einer {111} Faser erkennbar. Die {001} Faser wird bis zum mittleren Abstand von 7 mm zur Bruchfläche schärfer, scheint jedoch ab diesem Abstand ein konstantes Niveau beizubehalten. Die auftretenden Texturkomponenten können mittels der Orientierungsdichteverteilungsfunktion analysiert werden. Mit abnehmendem Abstand zur Bruchfläche nimmt die Ausprägung der Messing<sup>2</sup>- und der gedrehten Kupferlage<sup>3</sup> deutlich zu, was im Einklang mit der Tatsache steht, dass diese Texturkomponenten der {111} Faser zugeordnet werden. Gleichzeitig sind die der {001} Faser zugeordneten Würfel<sup>4</sup>- und mit geringem Anteil die gedrehte Gosslage<sup>5</sup> als weitere Texturkomponenten erkennbar. Eine vergleichbare Texturentwicklung, die jedoch nicht explizit gezeigt wird, zeigt der NMn0.71. Da sowohl CrMn(Mo)N- und CarNit-, als auch austenitische N-freie Fe-Mn-C TWIP Stähle eine ähnliche Texturentwicklung aufweisen [109, 112], scheint diese typisch für austenitische TWIP Stähle im System Fe-(Cr)-Mn mit C, N, oder C+N zu sein. Abbildung 91 zeigt Details der Mikrostrukturen der CarNit-Stähle mit erkennbarer Zwillingsbildung in 2 Gleitsystemen. Deutlich erkennbar sind die teilweise gebogene Form der Zwillinge, sowie Orientierungsänderungen innerhalb der Körner. Bei der vorliegenden Schrittweite von 200 nm wird erst der große Anteil feiner Mikrozwillinge deutlich, die gepaart mit dem hohen Anteil an interstitiellen Legierungselementen als Ursache für die starke Verfestigung der CarNit-Stähle angesehen werden können. Bei weiterer Vergrößerung und feinerer Schrittweite von 20 nm treten deutlich Volumina hervor, die als  $\varepsilon$ -Fe indiziert werden (Abbildung 92). Diese aus mehr als 10 Messpunkten gleicher Orientierung bestehenden Volumina grenzen häufig an Gefügebereiche, bei denen eine zuverlässige Indizierung nicht möglich war und kommen in allen CarNit-Stählen vor (Abbildung 93). Die in Abbildung 94 dargestellte Orientierungsanalyse erhärtet die Annahme, es handele sich um  $\varepsilon$ -Fe, weiter. Dargestellt ist der Bereich aus Abbildung 93b und c als Phasenmapping mit den zugehörigen  $\gamma$ -Fe- und  $\varepsilon$ -Fe-Polfiguren. In Abbildung 94a bis c wird zudem zwischen der  $\gamma$ -Fe-Matrix und den  $\gamma$ -Fe-Verformungszwillingen differenziert. Der  $\varepsilon$ -Fe Anteil ist gegenüber dem austenitischen Grundgefüge sehr gering. Die Überlagerung der {111} $_{\gamma}$ -Polfigur mit der {0001} $_{\varepsilon}$ -Polfigur sowie der {10-1} $_{\gamma}$ -Polfigur mit der {11-20} $_{\varepsilon}$ -Polfigur, die nach *Mangonon et al.* [72] zueinander parallele dichtest gepackte Ebenen und Richtungen des k<sub>h</sub>- und des h<sub>h</sub>-Gitters darstellen, zeigt eben diese parallele Ausrichtung der genannten Ebenen der

<sup>2</sup> Texturkomponente mit {110}<112> Kristallebene und –richtung parallel zur Verformungsrichtung [109]

<sup>3</sup> Texturkomponente mit {112}<110> Kristallebene und –richtung parallel zur Verformungsrichtung [109]

<sup>4</sup> Texturkomponente mit {001}<100> Kristallebene und –richtung parallel zur Verformungsrichtung [109]

<sup>5</sup> Texturkomponente mit {110}<110> Kristallebene und –richtung parallel zur Verformungsrichtung [109]



$\varepsilon$ -Fe-Volumina und der  $\gamma$ -Fe-Matrix. Die statistische Auswertung der Polfiguren (Abbildung 94d und e) verdeutlicht die Schärfe der Polfiguren aufgrund der geringen Kornanzahl des dargestellten Gefügebereiches.

## 4.2 Ermüdung

Abbildung 95 zeigt Oberflächen des Messbereiches ausgewählter GCMn1.20- und CNMn0.85-Ermüdungsproben, die nach deren Bruch bzgl. der Bildung von Anrissen untersucht worden sind. Bei der Belastung mit  $\varepsilon_{a,t} = 0,17\%$  sind auf der Oberfläche des GCMn1.20 Sekundäranrisse (sekundär, da vorausgesetzt wird, der Primäranriss habe zum Versagen der Probe geführt) makroskopisch senkrecht zur Belastungsrichtung erkennbar. Neben dem Vorhandensein dieser Anrisse, weisen deren Rissverläufe mit Änderungen der Rissverlaufsrichtung und der erkennbaren lokalen Verformung (Abbildung 95a) auf zähes Werkstoffverhalten während der Rissausbreitung hin. Die Verformungsprozesse scheinen bei dieser Laststufe entlang von Gleitlinien abzulaufen, die besonders deutlich in der nahen Rissumgebung hervortreten, so dass davon ausgegangen werden kann, dass hier die lokale plastische Zone während des Rissfortschritts am stärksten ausgeprägt war. Die in Abbildung 95b am stärksten hervortretenden Gleitlinien verlaufen parallel zum beobachteten Riss. Neben den Rissen sind von der Oberflächenpolitur des Messbereiches rührende senkrecht im Bild, also parallel zur Verformungsrichtung der Probe, verlaufende feinste Riefen erkennbar. Da weder der Riss, noch die Gleitlinien mit der Oberflächenstruktur wechselwirken, kann davon ausgegangen werden, dass die Anrissbildung im Fall des GCMn1.20 an Gleitlinien stattfindet und die Risse von diesen ausgehend in das Probeninnere propagieren.

Die Oberfläche des CNMn0.85 zeigt nach Belastung mit  $\varepsilon_{a,t} = 0,20\%$  analog zum GCMn1.20 lediglich wenige Sekundäranrisse, mit Rissverläufen, die durch Verzweigung (Abbildung 95c) und lokale Verformungsstrukturen (Abbildung 95d) ebenfalls auf duktilen Werkstoffverhalten hindeuten. Im Vergleich zum GCMn1.20 kann die Bildung der Anrisse und der Rissverlauf besser mit den gut erkennbaren Gleitlinien korreliert werden. Dieser Zusammenhang wird bei höheren Totaldehnungsamplituden, durch in senkrecht zur Probenbelastungsrichtung orientierten Gleitlinien auftretende Anrisse, besonders gut erkennbar (Abbildung 95e und f). Mit der Erhöhung der Totaldehnungsamplitude geht eine Zunahme der Anrissanzahl einher, wie durch *Berns et al.* in [117] ebenfalls für Umlaufbiegeversuche an einer Gussvariante des CNMn0.85 und *Riedner* in [9] für den CNMn0.96 gezeigt worden ist, die jedoch nach *Lindstedt et al.* [118] das Risswachstum durch den Energieverbrauch bei der Bildung freier Oberflächen bremst.

Die Oberflächenmorphologie der Ermüdungsbruchflächen weist ebenfalls auf zähes Werkstoffverhalten im Ausbreitungsbereich der Primärrisse hin. Die Ermüdungsbruchflächen der Werkstoffe CNMn0.85, CNMn1.07 und GCMn1.20 (Abbildung 96) weisen, mit Schwingstreifen und von der Primärbruchfläche ausgehenden Sekundärrissen, vergleichbare Erscheinungsformen bei Lasthorizonten bis  $\varepsilon_{a,t} = 0,50\%$  auf. Bei  $\varepsilon_{a,t} = 1,50\%$  sind die Bruchflächen der CarNit-Stähle untereinander, als auch zu niedrigeren Lasthorizonten ähnlich. Der wesentliche dargestellte Unterschied ist die Vergrößerung der Schwingstreifenbreite beim CNMn1.07 von  $\varepsilon_{a,t} = 0,50\%$  hin zu  $\varepsilon_{a,t} = 1,50\%$  (Abbildung 96c und d). An den Bruchflächen des CNMn1.07 und GCMn1.20 in Abbildung 96d und

Abbildung 96e ist die Anpassung der Ausbreitungsrichtung des Risses mit der Änderung der kristallographischen Orientierung innerhalb von Zwillingen anhand der Orientierungsänderung der Schwingstreifen sichtbar. In den Bruchflächen der Werkstoffe ist mitunter die Verformung des Gefüges in Bereichen mit Einschlüssen, in der Regel Aluminiumoxid, seltener Mangansulfid, erkennbar. Die Bruchfläche des GCMn1.20 nach Belastung mit  $\varepsilon_{a,t} = 1,50 \%$  unterscheidet sich wesentlich von den Bruchflächen der CarNit-Stähle. Neben groben Schwingstreifen sind Wabenstrukturen sichtbar, die auf Gewaltbruchanteile hindeuten [119]. Der Unterschied könnte in den unterschiedlichen Rissausbreitungsgeschwindigkeiten begründet sein. Abbildung 97 zeigt die abgeschätzten mittleren Rissausbreitungsgeschwindigkeiten für die Ermüdungsproben nach Rissinitiierung in Abhängigkeit von der Totaldehnungsamplitude bzw. der bei Rissinitiierung wirkenden nominellen Spannungsamplitude. Hierzu wurde der Quotient aus dem jeweiligen Probendurchmesser und der Anzahl der Schwingspiele von der Rissinitiierung, die aus dem Verlauf des Probemoduls über der Schwingspielzahl ermittelt wurde, bis zum Bruch der Probe gebildet. Die Abschätzung eines mittleren Spannungsintensitätsfaktors für den vorliegenden Lastfall würde zu irreführenden Ergebnissen führen, da sich bei den wirkenden Spannungen einfach zeigen lässt, dass die LEBM hier nicht anwendbar ist, so dass kein Vergleich mit den während der Versuche zur stabilen Rissausbreitung ermittelten Rissfortschrittsgeschwindigkeiten gezogen werden könnte und ist somit nicht sinnvoll. Trotzdem ist ersichtlich, dass die Rissausbreitungsgeschwindigkeiten des GCMn1.20 bei jeder Totaldehnungsamplitude ca. eine Größenordnung höher sind, als die Rissausbreitungsgeschwindigkeiten der CarNit-Stähle und des NMn0.71 (Abbildung 97a), was mit den Ergebnissen zur stabilen Rissausbreitung (Abbildung 76) gut übereinstimmt. Gleichzeitig ist erkennbar, dass die Rissausbreitungsgeschwindigkeit des GCMn1.20 bis zur wirkenden Spannungsamplitude von ca. 500 MPa stets höher ist, als die der CarNit-Stähle (Abbildung 97b), obwohl die wirkende Spannungsamplitude bei der jeweiligen Totaldehnungsamplitude vergleichbare Werte aufweist (Abbildung 97c), was zu dem Schluss führt, dass die Ursache für unterschiedliche Rissausbreitungsgeschwindigkeiten unterschiedliche wirkende mikrostrukturelle Mechanismen sein müssen, auf die im Folgenden eingegangen wird. Bei keiner der untersuchten Bruchflächen sind Hinweise auf Anrisse an inneren Kerben oder Einschlüssen gefunden worden, was mit den Bruchflächenuntersuchungen von *Riedner* [9] übereinstimmt.

Bei niedrigen Totaldehnungsamplituden ist keine erkennbare Veränderung der Spannungsamplituden  $\sigma_a$  der untersuchten Werkstoffe über der Bruchlastspielzahl erkennbar. Dies scheint für die CrMn(Mo)N- und CarNit Stähle bis zu einer Belastungsamplitude  $\varepsilon_{a,t}$  von ca. 0,2 % ( $\varepsilon_{a,pl}(N_B/2) < 0,027 \%$ ) und den GCMn1.20 bis  $\varepsilon_{a,t}$  von ca. 0,15 % ( $\varepsilon_{a,pl}(N_B/2) < 6,2 \cdot 10^{-4} \%$ ) zutreffend zu sein, da für erstere ab  $\varepsilon_{a,t} = 0,3 \%$  ( $\varepsilon_{a,pl}(N_B/2) > 0,068 \%$ ) und für zweiten ab  $\varepsilon_{a,t} = 0,17 \%$  ( $\varepsilon_{a,pl}(N_B/2) > 3,3 \cdot 10^{-3} \%$ ) Änderungen der Spannungsamplituden über der Bruchlastspielzahl festgestellt werden können. Im ersten Schwingspiel erreicht die Spannungsamplitude bei diesen zyklischen Lasten im Fall der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle ca. 65 %, beim GCMn1.20 ca. 80 % der Streckgrenze  $R_{p0.2}$ . Im Fall der Werkstoffe Ni0.07 und NiMo0.09 erreicht die Spannungsamplitude im ersten Schwingspiel bei der niedrigsten geprüften Belastungsamplitude  $\varepsilon_{a,t} = 0,2 \%$  ( $\varepsilon_{a,pl}(N_B/2) \approx 0,075 \%$ ) in etwa den Wert der

Streckgrenze, so dass das genannte Verhalten für diese zwei Werkstoffe nicht beobachtet werden kann. *Hahnenberger et al.* weisen in [78] für Stähle vom Typ AISI 304 und AISI 348 planares Gleitverhalten der Versetzungen während der ersten Lastwechsel bei der Belastungsamplitude  $\varepsilon_{a,t} = 1,0 \%$  nach. Auf Basis weiterer Ergebnisse von *Bayerlein et al.* aus [120] und *Krupp et al.* aus [121] für einen Stahl vom Typ AISI 304L, kann planares Gleitverhalten der Versetzungen bei niedrigen Anteilen der plastischen Dehnungsamplitude für den Ni0.07 als sicher vorausgesetzt werden. Für den Werkstoff NiMo0.09 kann planares Gleitverhalten der Versetzungen bei niedrigen Anteilen der plastischen Dehnungsamplitude auf Basis der Ergebnisse von *Pham et al.* aus [38] für einen Stahl vom Typ AISI 316L und *Göbbeler* aus [40] für den Stahl 1.4441 nachgewiesen werden. *Göbbeler* weist bei Spannungsamplitudenverläufen ohne deren erkennbare Veränderung planares Gleitverhalten der Versetzungen eindeutig nach. Planares Gleitverhalten der Versetzungen bei niedrigen Anteilen der plastischen Dehnungsamplitude ist ebenfalls das charakteristische Merkmal der Mikrostrukturentwicklung der Stähle 1.4452 und des Stahls X8CrNiMnMoN21-10-3-3 nach ISO 5832-9, wie durch *Tikhovskiy* in [41] und *Weiß S.* in [87] gezeigt werden konnte.

Härteprofile im Messbereich bis zum Bruch ermüdeter Proben des NMn0.71, des GCMn1.20 und der CarNit-Stähle bei Totaldehnungsamplituden von bis zu 0,3 % zeigen keine oder eine kaum messbare Härtezunahme zur Bruchfläche hin (Abbildung 98). Für  $\varepsilon_{a,t} = 0,3 \%$  liegen alle Messwerte mit Ausnahme derjenigen des NMn0.71 und CNMn0.96 im Abstand von 0,5 mm zur Bruchfläche innerhalb der Härteschwankung der lösungsgeglühten Zustände dieser Werkstoffe. Das Profil des GCMn1.20 liegt nur knapp oberhalb der Referenzmesswerte. Die Probenentnahme zur Analyse der Mikrostrukturentwicklung bei dieser Belastung kann demnach nicht beliebig im Messbereich der Ermüdungsproben erfolgen. Abbildung 99 zeigt die starke Lokalisierung der Verformung an der Probenbruchfläche. Im Fall der CarNit-Stähle und des NMn0.71 erreicht der GOS bereits im Abstand zwischen 0,5 mm bis 0,75 mm zur Bruchfläche einen Wert von unter  $0,5^\circ$ . Die höchsten KAM-Werte treten unmittelbar an der Probenbruchfläche auf. In Abbildung 100 ist durch die Überlagerung von IQ- und IPF || RD-Mapping in diesem Bereich die Aktivierung linear unabhängiger Gleitsysteme erkennbar. TEM-Aufnahmen zeigen, so wie in den zuvor genannten Untersuchungen, planares Gleitverhalten der Versetzungen (Abbildung 101). Im Gefüge des CNMn0.85 und CNMn0.96 bilden sich zudem nadelige Strukturen aus. Die dazugehörigen Beugungsbilder sind zweideutig auswertbar, so dass sowohl  $\varepsilon$ -Fe, als auch Nanozwillinge angenommen werden können. Für die Ausbildung von Nanozwillingen spricht der lediglich geringfügige Volumenanteil des  $\varepsilon$ -Fe in der Mikrostruktur der im Zugversuch verformten Proben bei hohen Verformungsgraden (Abbildung 94). Letzteres kann jedoch lediglich ein Indiz sein, da hier unterschiedliche Lastfälle miteinander verglichen werden. So ist es vorstellbar, dass im Ermüdungsfall aufgrund der reversierenden Last Versetzungen in den Gleitsystemen ihre Bewegungsrichtung umkehren, während sich die Versetzungen im Fall der quasistatischen Belastung nur in eine Richtung bewegen.

Bei höheren Belastungsamplituden unterscheidet sich die Mikrostrukturentwicklung der untersuchten Werkstoffe wesentlich. Die Mikrostruktur der Stähle vom Typ AISI 304(L) weist bei Totaldehnungsamplituden von 1 % und höher, wie bereits beschrieben, zunächst planare Versetzungsstrukturen auf [78, 122], das gleiche Verhalten wird für den zur Unterbindung von Chromkarbonitridausscheidungen mit Niob legierten CrNi 18/9 Stahl vom

Typ AISI 348 beobachtet [78]. Letzterer weist, ausgehend von dessen  $M_{d30}$  Temperatur nach *Angel* [13] mit 48 °C, niedrigere Austenitstabilität verglichen mit dem Ni0.07 auf. *Ye et al.* beobachten in [122] für einen Stahl vom Typ AISI 304L mit 0,064 Gew.-%<sub>C+N</sub> zudem, dass primär lediglich ein Gleitsystem aktiviert wird. Nach *Hahnenberger et al.* beginnt schon während der Primärverfestigung die Bildung von  $\varepsilon$ -Fe. Nachdem das lokale Festigkeitsmaximum erreicht ist, folgt die Versetzungszellbildung [78]. Die kurze Phase der Entfestigung wird dem sinkenden Widerstand für Versetzungsgleitung in aktivierten Gleitsystemen zugeordnet. Für Stähle des Typs AISI 304L erlauben die Ergebnisse von *Bayerlein et al.* [120] (0,024 Gew.-%<sub>C</sub>) und *Krupp et al.* [121] (0,060 Gew.-%<sub>C+N</sub>) den Schluss, die Sekundärverfestigung ginge mit der Bildung von  $\alpha'$ -Fe einher, die nach *Bayerlein et al.* sowohl über  $\varepsilon$ -Fe, also entsprechend der Reaktion  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \varepsilon\text{-Fe} \rightarrow \alpha'\text{-Fe}$ , als auch direkt, entsprechend der Reaktion  $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha'\text{-Fe}$ , erfolgen kann. Zum Ende der Probenlebensdauer liegen im Gefüge der AISI 304(L) und AISI 348 Werkstoffe parallel Versetzungszellstrukturen mit Nanozwillingen [122] bzw.  $\varepsilon$ -Fe [78] und  $\alpha'$ -Fe in unterschiedlichen Morphologien vor [78, 122]. Hierbei könnte aufgrund der ähnlichen Verfestigungsraten des Ni0.07 sowie der AISI 304L und AISI 348 Werkstoffe auf einen ähnlichen Gesamtvolumenanteil des  $\alpha'$ -Fe geschlossen werden, der für AISI 348 am Ende der Lebensdauer bei zyklischer RT-Belastung mit  $\varepsilon_{a,t} = 1,0 \%$  mit mindestens 60 % angegeben wird [78].

Die Mikrostrukturentwicklung der Werkstoffe vom Typ AISI 316L wird von *Göbbeler* für den Werkstoff 1.4441 mit 0,092 Gew.-%<sub>C+N</sub> in [40], *Pham et al.* für eine Legierung mit 0,074 Gew.-%<sub>C+N</sub> in [38] und *Gerland et al.* für eine Legierung mit 0,091 Gew.-%<sub>C+N</sub> in [37, 123] mittels TEM detailliert untersucht. Während *Göbbeler* sowie *Pham et al.* keine Neigung der Werkstoffe zur Sekundärverfestigung bei totaldehnungskontrollierter Versuchsführung feststellen, zeigt sich in mittels der plastischen Dehnungsamplitude geregelten Versuchen von *Gerland et al.* eine leichte Sekundärverfestigung, die im Vakuum stärker ausgeprägt ist, als an Luft [123]. *Pham et al.* finden während der Verfestigungsphase und noch beim Erreichen des Maximums der Spannungsamplitude planare Versetzungsstrukturen vor, wobei diese im Verfestigungsmaximum, innerhalb der Gleitsysteme, stark miteinander verworren erscheinen. *Göbbeler* und *Gerland et al.* finden bereits im Verfestigungsmaximum unscharfe Zellwandstrukturen vor [37, 40]. *Pham et al.* und *Gerland et al.* berichten zudem während der Verfestigungsphase einen Anstieg der Versetzungsdichte. Dieser erreicht nach *Pham et al.* das Maximum mit dem Verfestigungsmaximum und bleibt danach aufgrund eines Gleichgewichts sich neubildender und gegenseitig auslöschender Versetzungen konstant. In der Entfestigungsphase erfolgt zunächst die Verdichtung der Versetzungszellwände [38]. In den versetzungsfreien Kanälen ist Versetzungsbewegung fast ungehindert möglich, was als Erklärung für den Entfestigungsvorgang bis zum Erreichen eines stabilen Zustandes der Spannungsamplitude angeführt wird [37, 38]. Nach *Pham et al.* und *Gerland et al.* wird der stabile Zustand der Umordnung der Versetzungswände zu Versetzungszellen zugeschrieben. Die Versetzungszellwände wirken der freien Versetzungsbewegung entgegen, so dass sich ein stabilisierter Zustand ausbilden kann. *Göbbeler* zeigt, dass mit steigender Totaldehnungsamplitude die Ausprägung der Versetzungszellen zunehmend runder und die der Versetzungszellwände schärfer ist. *Gerland et al.* zeigen, dass die Größe der Versetzungszellen proportional zur resultierenden Spannungsamplitude im



Gleichgewichtszustand ist [37]. Sowohl *Göbbeler*, als auch *Gerland et al.* weisen die Bildung von durch zyklische Verformung induzierten Verformungszwillingen in den Werkstoffen nach. *Göbbeler* weist deren Auftreten in [40] ab einer Totaldehnungsamplitude von 4 % nach. Im durch *Gerland et al.* in [37, 123] untersuchten Werkstoff werden ca. 2 % Mikrozwillinge bei der plastischen Dehnungsamplitude von 0,2 % nachgewiesen. Mit zunehmender plastischer Dehnungsamplitude nimmt deren Anteil auf bis zu 15 % zu. Der um ca. 2 Gew.-% niedrigere Nickelgehalt des durch *Gerland et al.* untersuchten AISI 316L Stahles, könnte für diesen Unterschied in der Neigung zur Verformungszwillingsbildung verantwortlich sein. Der Werkstoff NiMo0.09 weist gegenüber dem AISI 316L Stahl aus [37, 123] ebenfalls einen um ca. 1,8 Gew.-% niedrigeren Nickelgehalt auf, so dass eine verstärkte Tendenz zur Verformungszwillingsbildung angenommen werden kann.

Das Verhalten des GCMn1.20 bei reversierender Last ist anhand dessen zyklischer Spannung-Dehnung-Kurve (Abbildung 68) als zyklisch Verfestigend einzuordnen. *Rittel et al.* berichten in [124] ebenfalls zyklisches Verfestigungsverhalten für gegossene Hadfield-Stähle mit C- und Mn-Gehalten von 1,06 bis 1,25 Gew.-%<sub>C</sub> und 12,5 bis 13,1 Gew.-%<sub>Mn</sub>. *Danezis et al.* beobachten in [125] vergleichbare Verläufe der resultierenden Spannungsamplituden in totaldehnungskontrollierten Ermüdungsversuchen an einem Hadfield-Stahl vom Typ Z120Mn12 mit 1,12 bis 1,23 Gew.-%<sub>C</sub> und 11,90 bis 13,54 Gew.-%<sub>Mn</sub>. Zyklische Verfestigung gefolgt von zyklischer Entfestigung ist auch in durch *Kang et al.* in [126] beschriebenen Versuchen belegt. Die Abschätzung der Verformungstiefe bei Totaldehnungsamplituden  $\varepsilon_{a,t} \geq 1,0 \%$  ist anhand der Härteprofile möglich. Jedoch erlaubt der Vergleich von Abbildung 98 mit Abbildung 102 analog zu niedrigen Totaldehnungsamplituden den Schluss, dass die starke Lokalisierung der Verformung an der Bruchfläche mittels Härteprüfung nicht abgebildet werden kann. Abbildung 103 zeigt die bruchflächennahe Mikrostruktur der Ermüdungsproben nach Probenbruch. Bereits bei Belastung mit der niedrigsten zum Bruch führenden Totaldehnungsamplitude von 0,15 % ( $\varepsilon_{a,pl}(N_B/2) < 6,2 \cdot 10^{-4} \%$ ) ist das Auftreten verformungsinduzierter Mikrozwillinge feststellbar. Abbildung 103a zeigt Mikrozwillinge in einem Korn, das aufgrund seiner Färbung als nahe {101} (zwischen {101} und {102}) orientiert angesehen werden kann. Da Körner dieser Orientierung einen Schmid-Faktor von 0,47 bzgl. der Zwillingsbildung aufweisen [109], ist das Auftreten von Zwillingen bereits bei geringeren wirkenden Normalspannungen und damit Dehnungsamplituden wahrscheinlich. Bereits bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,3 \%$  ( $\varepsilon_{a,pl}(N_B/2) < 0,071 \%$ ) ist die Bildung von  $\mu$ -Meter breiter Verformungs-zwillinge in mindestens zwei linear unabhängigen Gleitsystemen nachweisbar (Abbildung 103b). Zwischen den durch die Zwillinge begrenzten Bereichen treten regelmäßig Orientierungsschwankungen von bis  $10^\circ$  bei lediglich  $4 \mu\text{m}$  Messlänge auf. Die Zwillingsdichte steigt bis zur Belastungsamplitude  $\varepsilon_{a,t} = 1,5 \%$  ( $\varepsilon_{a,pl}(N_B/2) < 1,0 \%$ ) kontinuierlich an (Abbildung 103c). Dies stellt einen Widerspruch zu durch *Kang et al.* präsentierten Ergebnissen dar, da in [126] die Bildung verformungsinduzierter Zwillinge bis zur höchsten verwendeten Totaldehnungsamplitude von 1,0 % nicht beobachtet wird. Die Ursache für die unterschiedlichen Ergebnisse ist unklar. Die chemische Zusammensetzung wird durch *Kang et al.* mit 12,0 Gew.-%<sub>Mn</sub> und 1,2 Gew.-%<sub>C</sub> angegeben, was der üblichen Legierungsanalyse von Hadfield-Stählen entspricht. Der wesentliche Unterschied ist der Ausgangszustand. In [126] liegt ein geschmiedetes Gefüge vor, während der GCMn1.20 ein

Gussgefüge im Ausgangszustand aufweist. *Kang et al.* bezeichnen jedoch in lichtmikroskopischen Aufnahmen sichtbare  $\mu$ -Meter breite parallele Strukturen, die bei niedrigen Dehnungsamplituden lediglich in einem Gleitsystem und bei höheren Dehnungsamplituden in mindestens zwei Gleitsystemen auftreten, als Gleitlinien. Die Dimension dieser Gleitlinien entspricht der Dimension der hier beobachteten Mikrozwillinge. Die Gefügebereiche zwischen den Verformungszwillingen weisen starke Orientierungsschwankungen auf. Entsprechende Missorientierungsprofile weisen bzgl. des Ursprungs innerhalb weniger  $\mu$ -Meter Missorientierungswinkel von  $10^\circ$  bzw.  $14^\circ$  auf (Abbildung 103b und c). Die mittels TEM beobachtete Mikrostrukturentwicklung stimmt mit der Untersuchung von *Kang et al.* weitestgehend überein. In der Mikrostruktur des GCMn1.20 treten bruchflächennah Versetzungszellen, als auch nadelige Strukturen mit dazwischen liegenden Versetzungszellen auf (Abbildung 103d und e). Letztere werden von *Kang et al.* als Stapelfehler bezeichnet, während im, mittels Feinbereichsbeugung im TEM erzeugten, Beugungsbild zu Abbildung 103e Reflexe auftreten, die auf die Bildung gleichorientierter Nanometer dicker Zwillinge hindeuten, die mittels der EBSD-Technik nicht aufgelöst werden können.

Das zyklische Verhalten der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle zeigt nach der Initialverfestigung im ersten Lastwechsel die stete Entfestigung bis zum Bruch.

Mikrostrukturelle Untersuchungen an, mit unterschiedlichen Lastamplituden in spannungs- und totaldehnungskontrollierten Zug-Druck-Ermüdungsversuchen belasteten, Proben des Werkstoffes 1.4452 von *Tikhovskiy (et al.)* aus [41, 127] und *Weiß S.* aus [87] zeigen Strukturen, die auf allen untersuchten Lasthorizonten auf streng ebenes Gleitverhalten der Versetzungen schließen lassen. Bei keiner Lastamplitude treten zu Versetzungszellen ähnliche Strukturen auf, was insbesondere für die hohen Belastungsamplituden bei totaldehnungskontrollierter Versuchsführung hervorzuheben ist. Mit steigender Spannungs- bzw. Totaldehnungsamplitude ist zunächst die Aktivierung eines Primärgleitsystems, gefolgt von der Aktivierung sekundärer Gleitsysteme feststellbar. Auf mittleren Lasthorizonten ( $\varepsilon_{a,t} \geq 0,5\%$  bzw.  $\sigma_a \geq 475$  MPa) ist die Bildung von Stapelfehlern zunächst vereinzelt in einem Gleitsystem gefolgt von sich überlagernden Stapelfehlern, bis hin zu Stapelfehlern in mehreren Gleitsystemen erkennbar. Hohe Belastungsamplituden  $\varepsilon_{a,t} \geq 1,0\%$  bzw.  $\sigma_a \geq 800$  MPa führen zur Ausbildung lattenförmiger und nadeliger Strukturen, bei denen es sich sowohl um  $\varepsilon$ -Fe, als auch Anhäufungen nanometerbreiter Zwillinge handeln kann. Das mechanische zyklische Verhalten des NMnMo0.85 ist demjenigen des 1.4452 aus [41, 127] sehr ähnlich, da es sich um unterschiedliche Chargen der gleichen Legierung handelt. Hieraus kann abgeleitet werden, dass auch die Mikrostrukturentwicklung der beiden Chargen sehr wahrscheinlich keine Unterschiede aufweist.

Die Mikrostrukturentwicklung des NMn0.71 ähnelt prinzipiell derjenigen des 1.4452. Bereits bei einer Totaldehnungsamplitude von  $\varepsilon_{a,t} = 0,3\%$  ist die Aktivierung mehrerer linear unabhängiger Gleitsysteme und die Entstehung von Verformungszwillingen in diesen Gleitsystemen erkennbar (Abbildung 104a). Das Mapping in Abbildung 104a zeigt zudem die innerhalb der Körner auftretenden Orientierungsschwankungen, die streifenförmig durch die Gleitlinien beschränkt werden. Weiterhin ist an der Korngrenze zwischen dem ca.  $\{103\}$  orientierten und dem ca.  $\{111\}$  orientierten Korn die Wechselwirkung von Gleitlinien (möglicherweise auch bei der gewählten Schrittweite nicht zu erkennender Mikrozwillinge)



mit Korngrenzen erkennbar, die zu Orientierungsschwankungen in Nachbarkörnern führen, die bei höheren Verformungen als Quellen für Zwillingsbildung fungieren können, wie durch *Gutierrez-Urrutia et al.* in [112] für einen austenitischen Fe-Mn-C TWIP-Stahl gezeigt werden konnte. Mit steigender Belastungsamplitude steigt die mittels EBSD beobachtbare Gleitlinienzahl an (Abbildung 105a). Eine Zunahme der Zwillingsdichte ist bei  $\varepsilon_{a,t} = 1,5 \%$  nicht direkt beobachtbar, allerdings werden hier feinere Zwillinge detektiert (markiert durch grüne Pfeile in Ausschnitten ohne IQ-Überlagerung), deren Breite gerade in der Größenordnung der durch die gewählte Schrittweite bestimmten Auflösungsgrenze liegt. Indirekt könnte die Zunahme der Gleitliniendichte somit auf eine Zunahme der Zwillingsdichte hindeuten. Mittels TEM sind im Abstand von ca. 2 nm bis 3 nm zur Bruchfläche (Probenlage A1, s. Abbildung 17) Versetzungsanordnungen in Gleitlinien (Abbildung 105b) sowie direkt unter der Bruchfläche Stapelfehler und nadelige Strukturen erkennbar (Abbildung 105c und d). Bei Letzteren kann es sich auf Basis der vorliegenden Beugungsbilder sowohl um  $\varepsilon$ -Fe als auch um  $\gamma$ -Fe und damit gleichorientierte Nanozwillinge in einer  $\gamma$ -Fe-Matrix handeln. Eine mögliche Ursache für die Doppeldeutigkeit ist die starke lokale Verformung des Gefüges, die bei gerade in der Umwandlung befindlichen Gefügebereichen zu Gitterverzerrungen und damit Gitterparametern führen kann, die einer der Phasen nicht eindeutig zugeordnet werden können. Im Gegensatz zu den hier dargestellten Ergebnissen beobachten *Shao et al.* im zyklisch verformten Gefüge eines 18Cr-18Mn-0.63N Ni-freien austenitischen Stahls mit 0,69 Gew.-%<sub>C+N</sub> nach totaldehnungskontrollierten Zug-Druck-Ermüdungsversuchen die Bildung von Versetzungszellen, was auf welliges Gleitverhalten der Versetzungen hindeutet, obwohl keine Initialverfestigung beobachtet wird [128]. Dieser wesentliche Unterschied in den Ergebnissen kann an dieser Stelle nicht erklärt werden.

Erste Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten der CarNit-Stähle sind von *Riedner* im Rahmen von [9] u.a. kraftkontrolliert unter Zug-Druck Beanspruchung an Proben des CNMn0.96 durchgeführt worden. *Riedner* stellt eine zyklische Verfestigung des Werkstoffes während des Ermüdungsversuches von Versuchsstart bis zu ca. 1500 Lastwechseln fest. Ein Werkstoffverhalten das im Rahmen dieser Untersuchung bei totaldehnungskontrollierter Versuchsführung nicht nachvollzogen werden konnte. Die Werkstoffantwort auf die kraftkontrollierte Belastung konnte in den o.g. Versuchen jedoch lediglich anhand des Verfahrensweges der Traverse der servohydraulischen Prüfmaschine nachvollzogen werden, was gegenüber der Verwendung eines Dehnungsaufnehmers bzgl. der Messgenauigkeit nachteilig ist.

Die Mikrostrukturentwicklung des CNMn0.96 ist an Proben aus den o.g. Versuchen durch die Forschungsgruppe von Prof. Dr. Gavriljuk am Institut für Metallphysik der nationalen Akademie der Wissenschaften in Kiew mittels TEM untersucht worden. Basierend auf den Ergebnissen dieser Untersuchungen zeigen *Riedner* in [9] und *Berns et al.* in [117], trotz der beobachteten Verfestigung, rein planares Gleitverhalten der Versetzungen zu jedem Ermüdungszeitpunkt auf.

Die Mikrostruktur der CarNit-Stähle zeigt mit steigender Belastung eine zu derjenigen der CrMn(Mo)N-Stähle ähnliche Entwicklung. So sind bei Totaldehnungsamplituden von  $\varepsilon_{a,t} = 0,3 \%$  mittels EBSD aktive Gleitlinien in mehreren linear unabhängigen Gleitsystemen identifizierbar. Zwillingsbildung kann jedoch jeweils nur in einem Gleitsystem nachgewiesen

werden. Die häufiger beobachteten Zwillinge im Gefüge des NMn0.71 sind wahrscheinlich das Resultat der mit 0,12 % höheren wirkenden plastischen Dehnungsamplitude, die bei den CarNit-Stählen bei dieser Laststufe im Mittel 0,085 % beträgt. Abbildung 104b zeigt exemplarisch für diesen Lastfall verformungsinduzierte Zwillinge im bruchflächennahen Gefüge des CNMn0.85 in einem {112} und einem nahe {001} orientierten Korn. Die Überlagerung des IPF || RD- mit dem IQ-Mapping zeigt die aktivierten Gleitlinien. Bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,5 \%$  ist Zwillingsbildung zum Teil in zwei Gleitsystemen nachweisbar, was in Abbildung 104c am Beispiel des CNMn1.07 gezeigt wird. Die Breite der Zwillinge liegt mit 500 nm auch hier in der Größenordnung der durch die gewählte Schrittweite (200 nm) bestimmten Auflösungsgrenze (Abbildung 104d). Die Mikrostruktur der CarNit-Stähle bei  $\varepsilon_{a,t} = 1,5 \%$  ist in Abbildung 106 bis Abbildung 108 dargestellt. Für alle drei Werkstoffe ist eine Zunahme der aktivierten Gleitliniendichte charakteristisch. Sowohl der CNMn0.85, als auch der CNMn1.07 weisen ausgeprägte Zwillingsbildung in zwei Gleitsystemen auf (Abbildung 106a und Abbildung 108a). Lediglich beim CNMn0.96 werden Mikrozwillinge mittels EBSD nur in einem Gleitsystem nachgewiesen (Abbildung 107a). Die CarNit-Stähle zeigen auch bei dieser Belastungsstufe sowohl untereinander als auch zu den CrMn(Mo)N-Stählen ähnliche mikrostrukturelle Merkmale auf. Im Abstand von ca. 2 mm bis 3 mm zur Bruchfläche (Probenlage A1, s. Abbildung 17) treten im Gefüge des CNMn0.85, wie beim NMn0.71, planare Versetzungsstrukturen auf (Abbildung 106b). Im Gefüge des CNMn0.96 sind in diesem Abstand zur Bruchfläche (Probenlage B1, s. Abbildung 17) zudem vereinzelt Stapelfehler beobachtbar (Abbildung 107b). Im Bereich der Bruchfläche, also dem mittels Querschnittspräparation untersuchten Bereich, sind planare Versetzungsstrukturen ebenfalls zu beobachten, wie am Beispiel des CNMn1.07 in Abbildung 108b gezeigt ist. Eine vergleichbare Mikrostrukturentwicklung wird von *Kang et al.* in einem 18Mn-7Cr-0.6N-0.3C-Stahl beobachtet [129]. Zudem treten hier gehäuft nadel- und lattenförmige Strukturen auf, bei denen es sich um Stapelfehler (Abbildung 106c), Nanozwillinge (Abbildung 108d) oder  $\varepsilon$ -Fe (Abbildung 108d) handeln kann. Es treten jedoch, ebenfalls Strukturen auf, die nicht eindeutig, also sowohl als  $\varepsilon$ -Fe als auch als  $\gamma$ -Fe-Nanozwillinge identifiziert werden könnten (Abbildung 106d und e, Abbildung 107c und Abbildung 108c). Die Dunkelfeldaufnahmen in Abbildung 106e zeigen, dass bei der Wahl des entsprechenden Reflexes die Kreuzungspunkte der Lattenstruktur hervorgehoben werden, was im Rückschluss bedeutet, dass diese Kreuzungspunkte ein eigenes kristallines Gitter bilden, das zur Entstehung des genannten Reflexes führt. Sowohl *Weiß S.* in [87] als auch *Berns et al.* in [117] weisen in ähnlich ausgeprägten Kreuzungspunkten von  $\varepsilon$ -Fe-Latten im Gefüge des 1.4452 und CNMn0.96 die Struktur von  $\alpha'$ -Fe nach. Im Gegensatz zu den durch *Berns et al.* vorgestellten Ergebnissen, wurden an diesen Stellen Karbide nachgewiesen. Nitride sind in der  $\gamma$ -Fe-Matrix ebenfalls nicht beobachtet worden. Beides ist jedoch nicht auszuschließen, da der Nachweis dieser Strukturen sowie des  $\alpha'$ -Fe detaillierterer TEM-Untersuchungen bedarf, die im Rahmen dieser Studie nicht durchgeführt worden sind.

In keiner der untersuchten Proben wurden Versetzungszellen beobachtet, somit ist das Versetzungsgleitverhalten des NMn0.71 und der CarNit-Stähle, analog zu dem des 1.4452 bzw. NMnMo0.85, unterstützt durch die Ergebnisse aus [117] als streng planar einzuordnen. Es ist festzuhalten, dass im Gegensatz zum Gefüge der quasistatisch verformten Proben im Fall der zyklisch ermüdeten Gefüge mittels EBSD kein Nachweis des  $\varepsilon$ -Fe erbracht werden

konnte.  $\varepsilon$ -Fe tritt jedoch häufig genug auf, um mittels TEM nachgewiesen werden zu können, was den Schluss zulässt, dass sich lediglich dünne Strukturen ausbilden, die selbst bei einer Schrittweite der Messung von 20 nm kein genügend ausgeprägtes Kikuchi-Pattern liefern. Sicherlich spielen hier auch die aus den Strahleinstellungen resultierende und schwer bestimmbare laterale und longitudinale Auflösung eine Rolle.

Die Entwicklung einer scharf ausgebildeten Verformungstextur ist weder für den NMn0.71, noch für die CarNit-Stähle erkennbar, wie am Beispiel des CNMn1.07 mit den bzgl. GOS (Abbildung 102) am stärksten verformten Körnern an der Bruchfläche und für den CNMn0.85 mit den meisten im Messbereich erfassten Körnern in Abbildung 109 gezeigt wird. Wie für den 1.4452 in [87] sind streifenförmige Orientierungsschwankungen besonders deutlich innerhalb von Körnern, die nicht den Eckorientierungen zugeordnet werden können erkennbar. Die betroffenen Orientierungsbereiche sind  $\{113\}$ – $\{112\}$ – $\{213\}$ ,  $\{212\}$ – $\{313\}$ – $\{213\}$  und  $\{102\}$ – $\{103\}$ – $\{213\}$ . Aufgrund der Korngröße und der damit fehlenden Statistik ist die Ausbildung einer Textur im Gefüge des GCMn1.20 nicht überprüfbar, wie bereits für den Lösungsgeglühten Zustand gezeigt werden konnte (s. Abbildung 22c und Kap. 3.1). Die Aktivierung von Gleitsystemen und Bildung von Verformungszwillingen tritt in  $\{111\}$  orientierten Körnern im Vergleich zum im Zugversuch verformten Gefüge seltener auf (Abbildung 104c und d sowie Abbildung 108a), vielmehr ist die Bildung von Zwillingen in Körnern nahe der  $\{001\}$  Orientierung und in den o.g. Körnern mit streifenförmigen Orientierungsschwankungen, also den o.g. genannten Orientierungsbereichen zu beobachten. Nach *Karaman et al.* erfolgt Zwillingsbildung in 001 orientierten Einkristallen des Hadfield-Stahls nur unter Druckbelastung, während in  $\{111\}$  orientierten Körnern Verformungszwillinge fast ausschließlich bei Zugbelastung entstehen [130]. Das gleiche Verhalten beobachten *Chumlyakov et al.* in [131]. Allerdings werden durch *Karaman et al.* in der Untersuchung quasistatisch verformte Proben untersucht und Zwillinge in der Regel erst ab einer Totaldehnung von 3 % beobachtet. Von *Chumlyakov et al.* wird das Verhalten zwar an zyklisch verformten Proben allerdings für die stickstofffreie Variante des verwendeten Stahls vom Typ AISI 316L beobachtet.

Die vorliegenden Ergebnisse bestätigen, wie bereits zuvor z.B. durch *Tikhovskiy* in [41], *Weiß S.* in [87] und andere gezeigt, wiederholt den positiven Einfluss des planaren Gleitverhaltens auf das Ermüdungsverhalten austenitischer Werkstoffe, da diese bei höheren plastischen Dehnungsanteilen der Belastungsamplitude zu höheren Lastspielzahlen führt. Die Ursache hierfür ist das erschwerte Quergleiten, wodurch Versetzungsbewegung nur entlang von Hauptgleitsystemen stattfinden kann. Die Versetzungen bleiben im Gleitsystem mobil und behindern sich nicht gegenseitig. Bei Lastumkehr sind die Versetzungen zur Bewegung entlang der gleichen Gleitebene gezwungen, was bis zu einem gewissen Grad als quasireversibel bezeichnet werden könnte. Weiterhin können sich Versetzungen umgekehrten Vorzeichens gegenseitig auslöschen. So wird kaum neue Verformung in den Werkstoff eingebracht und die Dauer bis zum Ausbilden eines Anrisses steigt [87]. Die makroskopisch messbare Entfestigung ist demnach die Folge der voranschreitenden Zerstörung der Nahordnung [128, 129]

Der Grund für das frühere Versagen der CrNi(Mo)-Stähle und des GCMn1.20 ist demnach die Bildung von Versetzungszellen, die vom welligen Gleicharakter der Versetzungsbewegung herrühren. Ausgehend von den Beobachtungen von *Bayerlein et al.*, *Pham et al.*, *Gerland et*

*al.*, Göbbeler sowie Kang *et al.* [37, 38, 40, 120, 126] wird beim Erreichen des Verfestigungsmaximums auch die maximale Versetzungsdichte, bei der Betrachtung pro z.B. Kornvolumen, erreicht. Die sich stets weiter verdichtenden Zellwände und später Versetzungszellen, erkennbar an deren zunehmend schärferen Ausprägung, erreichen mit fortschreitender zyklischer Ermüdung durch stets voranschreitende Versetzungsumordnung einen Zustand lokaler Sättigung an Versetzungen, also eine Versetzungsdichte in der Versetzungszellwand, ab welcher die weitere Verdichtung der Strukturen zur Anrissbildung führt. Alternativ ist auch denkbar, dass Versetzungsentstehung in den Zellwänden zur Verdichtung bis zur Sättigung führt.

Die im Gefüge der Werkstoffe Ni0.07 und GCMn1.20 stattfindende Phasenumwandlung bzw. Pseudozwillingsbildung, die einer Phasenumwandlung zumindest ähnlich zu sein scheint, führt zur Behinderung von Versetzungsbewegung und damit zur Verlangsamung der Schädigungsprozesse bzw. der Anrissbildung. Trotzdem weist die Entwicklung von Versetzungszellstrukturen auch hier auf wellige Gleitung hin, so dass sich die genannte Hypothese auf diese Werkstoffe übertragen lässt.

Da alle untersuchten Werkstoffe im Bereich der Dauerfestigkeit planares Gleitverhalten der Versetzungen aufweisen, kann im ersten Ansatz geschlossen werden, dass die Aufrechterhaltung der planaren Gleitung bei höheren Belastungsamplituden die höheren Dauerfestigkeiten zur Folge hat.

Abbildung 110 zeigt die Korrelation der Dauerfestigkeit und der hier bzw. in vorangehenden Arbeiten vorgefundenen Mikrostrukturen der Werkstoffe bei höheren zyklischen plastischen Lastanteilen mit der Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SFE}$ . Für die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle ist zudem der Zusammenhang zwischen der Dichte der freien Elektronen  $\rho_{ec}$  dieser Legierungen und der Dauerfestigkeit in Abbildung 110 sowie der Stapelfehlerenergie in Abbildung 111 dargestellt. Die mittleren Stapelfehlerenergien der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle mit streng planarem Gleitverhalten der Versetzungen betragen hierbei 20 mJ/m<sup>2</sup> (NMn0.71) bis 51 mJ/m<sup>2</sup> (CNMn1.07). Der Werkstoff NiMo0.09 weist mit  $\gamma_{SFE} = 30$  mJ/m<sup>2</sup> eine in diesem Bereich liegende Stapelfehlerenergie auf. Trotzdem ist in dessen Gefüge stark welliges Gleitverhalten der Versetzungen zu beobachten. Weiterhin weisen der Ni0.07 und der NMn0.71 in etwa die gleiche Stapelfehlerenergie auf. Auch hier zeigt der Vergleich, dass erster zu welligem Gleitverhalten (mit einer Phasenumwandlung) neigt, während zweiter streng planares Gleitverhalten aufweist. Ein letztes Indiz ist der Vergleich der Mikrostrukturentwicklung des Ni0.07 mit derjenigen des GCMn1.20. Obwohl die mittlere Stapelfehlerenergie beider Legierungen eine Differenz von 35 mJ/m<sup>2</sup> aufweist, ist die Mikrostrukturentwicklung der Gefüge sehr ähnlich. Demnach kann die Stapelfehlerenergie nicht das ausschlaggebende Kriterium für planares oder welliges Gleitverhalten der Versetzungen bezogen auf die untersuchten Legierungen sein. Ein Zusammenhang zwischen der Dauerfestigkeit und Dichte der freien Elektronen ist ebenfalls nicht erkennbar.

Im vorliegenden Fall könnte das gültige Kriterium zur Unterscheidung des Gleitcharakters die Nahordnung im Gefüge der Werkstoffe sein. Clement *et al.*, Gerold *et al.* und Wolf *et al.* zeigen in [35, 36, 132] den Zusammenhang zwischen planarer Gleitung und der Nahordnung für verschiedene Substitutionsmischkristalle auf.

Gavriljuk *et al.* messen in [133] CESR (Eigendrehimpulsresonanz der Leitungselektronen) Spektren für eine Reihe von Fe-Cr-Ni-Legierungen, berechnen daraus den sog. Koeffizienten



der Clusterbildung und zeigen so auf, welche Substitutionselemente in den CrNi(Mo)-Stählen für die Bildung von Clustern also die Auflösung von Nahordnung verantwortlich sind. Insbesondere die Reduktion des Ni-Anteils unter 15 Gew.-% und die Erhöhung des Cr-Anteils auf 15 Gew.-% bis 20 Gew.-% führen zur vermehrten Clusterbildung. Eine ähnliche Tendenz gilt im Falle des Zulegierens von Mangan und Molybdän (Abbildung 112). Aus den Zusammenhängen kann der Schluss gezogen werden, dass die Stähle Ni0.07 und NiMo0.09 basierend auf deren chemischer Zusammensetzung keine Nahordnung aufweisen. *Butler et al.* weisen in [134] für eine Fe-Ni-C-Legierung mit 0,88 Gew.-%<sub>C</sub> das Fehlen von Nahordnung nach. Das Zulegieren von Kohlenstoff scheint also ebenfalls bzgl. der Nahordnung auflösend zu wirken.

*Shanina et al.* berechnen in [115] für C- und N-freie austenitische Fe-Mn-Cr(Ni)-Legierungen die Bindungsenergien zwischen den Substitutionsatomen und stellen eine hohe Tendenz zur Bildung von Clustern in der Reihenfolge Mn-Mn, Mn-Cr und Cr-Cr fest. *Dastur et al.* in [94], *Adler et al.* in [95] und *Owen et al.* in [96] gehen von der Bildung von Mn-C Clustern in Hadfield-Stählen und deren Beitrag zu dessen Verfestigungseigenschaften unter quasistatischer Belastung aus. *Shanina et al.* weisen in [114] für einen Hadfield-Stahl mit 1,2 Gew.-%<sub>C</sub> Cluster mit chemischer Entmischung nach. Weiterhin gehen *Shanina et al.* hier von interatomaren Bindungen aus, die dem kovalenten Charakter zuzuordnen sind, an denen Kohlenstoff beteiligt ist und deren starke Wechselwirkung mit Versetzungen aufgrund des lokal entstehenden Spannungsfeldes zur verstärkten Zwillingsbildung in diesem Stahl führt. Für den GCMn1.20 kann aus den Zusammenhängen also ebenfalls auf das Fehlen von Nahordnung geschlussfolgert werden.

Das Zulegieren von Stickstoff führt bei CrNi- und CrNiMn-Stählen insbesondere durch Wechselwirkung mit den Substitutionsatomen zu deren gleichmäßigeren Verteilung im Mischkristall, wie durch *Gavriljuk et al.* in [135] mittels Neutronenbeugung gezeigt werden konnte. Mittels Mössbauerspektroskopie und durch Monte Carlo Simulationen unterstützt wurde gezeigt, dass Stickstoff in austenitischen Fe-N-Legierungen mitunter eine N-Fe-N Anordnung einnehmen kann, die einen Teil einer geordneten Fe<sub>4</sub>N<sub>1-x</sub>-Phase darstellt [5]. Die genannten Ergebnisse sind damit ein Indiz, dass ein hoher Anteil an Stickstoff, der in den druckaufgestickten und damit übersättigten CrMn(Mo)N-Stählen, lediglich der NMn0.71 ist bei Normaldruck mittels ESU umgeschmolzen, vorliegt, ebenfalls zur Ausbildung von Nahordnung führt.

Ergebnisse von an einer austenitischen Fe-C-N-Legierung mittels Mössbauerspektroskopie durchgeführten Untersuchungen zeigen in Verbindung mit Monte Carlo Simulationen eine weder zu austenitischen Fe-C- noch zu austenitischen Fe-N-Legierungen vergleichbare Anordnung der interstitiellen Legierungselemente im Mischkristall. Die Daten zeigen jedoch, dass die gegenseitige Wechselwirkung von Stickstoff mit Kohlenstoff dazu führt, dass keine Cluster bestehend aus den interstitiellen Atomen in Form von nächsten Nachbarn entstehen können. Vielmehr deuten die Daten darauf hin, dass ein Eisen Atom jeweils nur zu einem interstitiellen Atom benachbart sein kann [10, 136], was ein erstes Indiz für ausgeprägte Nahordnung im Gefüge der CarNit-Stähle darstellt. *Shanina et al.* weisen in [114] direkt am Beispiel der CarNit-Stähle eine auf der Nanometerskala vorliegende Homogenität der drei Legierungen nach. Da es sich um industriell erzeugte Stähle handelt, bleibt eine gewisse Clustergröße messbar, die mit zunehmendem C/N-Verhältnis ebenfalls zunimmt, jedoch mindestens um den Faktor 3 kleiner ist, als diejenige im verglichenen Hadfield-Stahl.

*Shanina* und *Gavriljuk* diskutieren wiederholt, z.B. [114, 137] den Zusammenhang zwischen der Dichte der freien Elektronen  $\rho_{ec}$  in mit C-,N- und C+N-legierten austenitischen CrMn- und CrMnNi-Stählen und dem Grad der Nahordnung. Verknüpft man die Diskussion mit den Ergebnissen dieser Untersuchung, kann die Aussage getroffen werden, dass bereits der für den Stahl NMnMo0.85 erreichte Grad der Nahordnung ausreicht, um bei Ermüdungsbeanspruchung zur Ausbildung streng planarer Strukturen zu führen. Führt man das Fehlen einer initialen Verfestigung während der zyklischen Belastung bei hohen Belastungsamplituden auf die Ausbildung einer streng planaren Versetzungsstruktur zurück, so ist der hierfür nötige Grad der Nahordnung bereits für den NMn0.90 erreicht.

Die Unterschiede in der Dauerfestigkeit der untersuchten CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle im lösungsgeglühten Zustand sind die Folge des Anteils im Mischkristall gelöster interstitieller Atome. Die Dauerfestigkeit steigt zunächst mit deren Zunahme, was auf die Wechselwirkung von zunächst Versetzungsquellen und später der beweglichen Versetzungen in den Gleitsystemen mit den interstitiell gelösten Atomen zurückzuführen ist. Bei planarem Gleitverhalten ist der Widerstand für die Versetzungsbildung und -gleitung in einem Gleitsystem zunächst sehr hoch, da durch die Versetzungsbewegung die Nahordnung gestört werden muss [35, 36]. Mit steigendem Anteil an gelöstem C und/oder N nimmt der Anteil des durch die Elemente verzerrten Gefüges zu. Damit kann auch eine Erhöhung der zu überwindenden Spannungen einhergehen. Nach *Gavriljuk* und *Berns* ist der Beitrag des Stickstoffs zu dieser elastischen Wechselwirkung in dessen Wirkung auf die Größe der Elementarzelle begründet, die gegenüber Kohlenstoff als höher anzusehen ist, während der Kohlenstoff gegenüber Stickstoff zur Abweichung der Elementarzelle von der kubischen Symmetrie beiträgt. Wie gezeigt werden konnte, ist der Beitrag beider Elemente zur elastischen Wechselwirkung mit Versetzungen damit in etwa gleich. Der wesentliche Unterschied scheint in der elektrostatischen Wechselwirkung der Elemente mit den Versetzungen begründet zu sein. Stickstoff weist im Austenit eine negative Ladung auf, während Kohlenstoff eine positive Ladung aufweist. Versetzungen sind durch Elektronenmangel charakterisiert und damit Träger positiver Ladungen, was eine stärkere Wechselwirkung des Stickstoffes mit Versetzungen im Vergleich zum Kohlenstoff erklären würde [5].

Die Wechselwirkung von Kohlen- und Stickstoff mit Versetzungen bei gleichzeitigem Zulegieren beider Elemente ist bisher nicht untersucht. Die hier gezeigten Ergebnisse, weisen jedoch auf eine Wechselwirkung hin, die mit derjenigen des Stickstoffes bei dessen alleinigem Zulegieren zumindest im Resultat gleichwertig ist.

Nach dem Erreichen des Maximums bei einem Anteil von ca. 0.90 Gew.-%<sub>N(+C)</sub> bis 0.96 Gew.-%<sub>N(+C)</sub> sinkt die Dauerfestigkeit zum CNMn1.07 hin wieder ab, was auf die gröber verteilten größeren Cluster zurückzuführen sein könnte [114].

Die höhere Dauerfestigkeit des NMnMo0.85 gegenüber dem CNMn0.85 könnte auf eine Wechselwirkung von Molybdän mit Stickstoff zurückgeführt werden. Die Bildung homogen in der Matrix von CrNiMo-Stählen verteilter Mo-N-Paare wird von *Murayama et al.* in [138] nachgewiesen. Gegenüber dem Zulegieren von Mo oder N führt das gleichzeitige Zulegieren von Mo und N in CrNi-Stählen zur Senkung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit, zur Erhöhung der Dauerfestigkeit und zu planarer Versetzungsgleitung [138]. Für CrMnMo-Stähle liegen allerdings mit Ausnahme von [41], die jedoch auf die Bildung entsprechender Komplexe nicht eingeht, keine Untersuchungen vor. Die Dauerfestigkeit des 1.4452 aus der



Studie von *Tikhovkiy* wird bei einer Korngröße von etwa  $100\text{ }\mu\text{m}$  für die zyklische spannungskontrollierte RT-Zug-Druck-Beanspruchung bei  $R_\sigma = -1$  mit  $330\text{ MPa}$  ( $P_{B50\%} = 346\text{ MPa}$ ) angegeben [41]. In der mittels EDS ermittelten chemischen Analyse wird ein Stickstoffgehalt von  $0,837\text{ Gew.}\%_{\text{N}}$  genannt. Zum Kohlenstoffgehalt liegt keine Aussage vor, legt man jedoch praktische Erfahrungswerte zugrunde, so kann ein C-Gehalt zwischen  $0,07\text{ Gew.}\%_{\text{C}}$  und  $0,12\text{ Gew.}\%_{\text{C}}$  angenommen werden, was dann in einem C+N-Gehalt von ca.  $0,91\text{ Gew.}\%_{\text{C+N}}$  bis  $0,96\text{ Gew.}\%_{\text{C+N}}$  resultiert. Ausgehend von den Ergebnissen dieser Arbeit und bei Annahme einer positiv auf die Dauerfestigkeit wirkenden Mo-N-Wechselwirkung müsste die Dauerfestigkeit des 1.4452 das Niveau der Stähle NMn0.90 und des CNMn0.96 erreichen. Die spannungskontrollierte Versuchsführung führt jedoch bei Entfestigung zu höheren Totaldehnungsamplituden, bzw. deren plastischen Anteilen, so dass eine Verringerung der Dauerfestigkeit aufgrund der Versuchsführung denkbar ist.

### 4.3 Rissausbreitung

Die Abschätzung des Schwellwertbereiches der zyklischen Spannungsintensität im Bereich I der Rissausbreitung entsprechend Gleichung ( 18 ) (s. Tabelle 16) aus [42] kann lediglich für die CrNi(Mo)-Stähle mit Literaturangaben verlässlich abgeglichen werden. Bei RT, der Frequenz  $f = 160\text{ Hz}$  und dem Kraftverhältnis  $R_F = 0,1$  bestimmen *Matsuoka et al.* den Schwellwert  $\Delta K_{th}$  zu  $3,5\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  für einen Stahl vom Typ AISI 304 mit  $0,06\text{ Gew.}\%_{\text{C}}$ ,  $18,23\text{ Gew.}\%_{\text{Cr}}$  und  $9,04\text{ Gew.}\%_{\text{Ni}}$  an Laborluft [139], während *Kelestemur et al.* für einen Stahl desselben Typs jedoch mit  $0,051\text{ Gew.}\%_{\text{C}}$ ,  $18,28\text{ Gew.}\%_{\text{Cr}}$  und  $8,29\text{ Gew.}\%_{\text{Ni}}$   $\Delta K_{th}$  in feuchter Luft bei der Frequenz  $f = 10\text{ Hz}$  zu  $6,1\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  bestimmen.

*Priddle* hebt in [140] die Korngrößenabhängigkeit des Schwellwertes  $\Delta K_{th}$  für zwei Stähle vom Typ AISI 316 mit erstens  $0,06\text{ Gew.}\%_{\text{C}}$ ,  $17,80\text{ Gew.}\%_{\text{Cr}}$  und  $10,33\text{ Gew.}\%_{\text{Ni}}$  und zweitens  $0,04\text{ Gew.}\%_{\text{C}}$ ,  $17,30\text{ Gew.}\%_{\text{Cr}}$  und  $13,10\text{ Gew.}\%_{\text{Ni}}$  hervor. Für ersteren beträgt  $\Delta K_{th}$  bei einer Korngröße von  $27\text{ }\mu\text{m}$   $4,9\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  und steigt bis zur Korngröße von  $660\text{ }\mu\text{m}$  bis auf  $7,9\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  für zweiteren wird  $\Delta K_{th}$  zu  $5,0\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  bei der Korngröße von  $50\text{ }\mu\text{m}$  und zu  $8,3\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  bei der Kongröße von  $330\text{ }\mu\text{m}$  bestimmt. Die Untersuchungen wurden auf einem Resonanzpulser bei Frequenzen von  $f = 80\text{ Hz}$  bis  $100\text{ Hz}$  mit einem Kraftverhältnis von  $R_F = 0,1$  durchgeführt. Details zur Temperatur und Umgebungsmedium sind nicht genannt, wobei RT und Laborluft mit hoher Wahrscheinlichkeit angenommen werden können. Der Einfluss der Korngröße wird damit erklärt, dass im Stage I die Rissfront kristallographischen Ebenen folgt, was zur Verlängerung des Rissweges und der Erzeugung einer größeren freien Oberfläche und damit höherem Energieeintrag bei nicht immer optimal zur Krafteinleitungsrichtung ausgerichteten Gleitebenen resultiert.

Messungen des Schwellwerts für Hadfield-, CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle liegen in der aktuellen Literatur nicht vor, allerdings bestimmen *Niendorf et al.* an einen austenitischen TWIP-Stahl aus dem Legierungssystem Fe-Mn-C, mit  $0,52\text{ Gew.}\%_{\text{C}}$  und  $22,40\text{ Gew.}\%_{\text{Mn}}$  und der Korngröße von  $2\text{ }\mu\text{m}$ , den Schwellwert  $\Delta K_{th}$ , bei RT, der Frequenz  $f = 20\text{ Hz}$  und dem Kraftverhältnis  $R_F = 0,1$  zu  $5,9\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  [141].

Die genannten Literaturwerte liegen, mit Ausnahme der Schwellwerte der grobkörnigen Werkstoffe aus [140], alle im in Tabelle 16 angegebenen Bereich.

Das Rissausbreitungsverhalten im Bereich II kann, gleiche Versuchsbedingungen vorausgesetzt, verlässlich lediglich für die CrNi(Mo)-Stähle und den GCMn1.20 mit Literaturangaben abgeglichen werden.

Die durch *Bathias et al.* in [50] gemessenen Rissausbreitungsgeschwindigkeiten stimmen sowohl für den betrachteten Stahl vom Typ AISI 304L mit den Werten des Ni0.07 als auch für einen Stahl, der dem Typ AISI 316L zugeordnet werden könnte, mit den Werten des NiMo0.09 überein. Für beide Stähle ist der Stickstoffgehalt nicht angegeben. Eine sehr gute Übereinstimmung zu Literaturwerten ist im Fall des NiMo0.09 zu durch *Mills et al.* für einen Stahl vom Typ AISI 316 mit 0,060 Gew.-%C und 0,048 Gew.-%N in [142] genannten Ergebnissen feststellbar. Abweichend zu den genannten und vorliegenden Ergebnissen bestimmen Kamenova et al. für einen Stahl vom Typ AISI 304L die *Paris-Erdogan*-Parameter zu  $C = 3,6 \cdot 10^{-10}$  m/Schwingspiel und  $m = 1,6$ . Die Rissausbreitungsgeschwindigkeiten des Stahls entsprechen damit bei Spannungsintensitätsschwingbreiten im Bereich von  $30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  denjenigen der CrNi(Mo)-Stähle bei höheren Spannungsintensitätsschwingbreiten sind diese deutlich kleiner und entsprechen bei  $\Delta K = 90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  den höchsten Rissausbreitungsgeschwindigkeiten der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle.

Die durch *Danzeis et al.* in [125] und *Rittel et al.* in [124] für grobkörnige Hadfield-Stähle, mit zum GCMn1.20 vergleichbarer chemischer Zusammensetzung, bestimmten Rissausbreitungskurven weisen bei gleicher Spannungsintensitätsschwingbreite im Vergleich zum GCMn1.20 sehr ähnliche Rissausbreitungsgeschwindigkeiten auf. Jedoch bestimmen *Danezis et al.* bei einer mittleren Korngröße von  $450 \mu\text{m}$  mit  $m = 3,47$  einen zu den CrMn(Mo)N- und CarNit-Stählen vergleichbaren *Paris-Erdogan*-Exponenten. Die beobachtete Rissausbreitungsgeschwindigkeit wird somit durch den *Paris-Erdogan*-Koeffizienten bestimmt, der einen Wert zwischen  $C = 5,0 \cdot 10^{-10}$  m/Schwingspiel und  $C = 1,0 \cdot 10^{-9}$  m/Schwingspiel aufweist. *Rittel et al.* bestimmen einen *Paris-Erdogan*-Exponenten ähnlich dem des NiMo0.09, so dass die Rissausbreitungskurve des entsprechenden Hadfield-Stahls bei Auftragung im  $da/dN$ - $\Delta K$ -Diagramm bei Spannungsintensitätsschwingbreiten über  $25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  zwischen den Kurven des GCMn1.20 und des NiMo0.09 zu finden wäre, dabei wird die Analyse des Stahls mit 1,25 Gew.-%C sowie 13,1 Gew.-%Mn angegeben und die Korngröße mit „...several hundred microns to a few millimeters...“ beschrieben [143].

Messungen der Rissausbreitungsgeschwindigkeiten für Ni-freie austenitische Stähle im Legierungssystem Fe-Mn-(Cr)-C(N) liegen kaum vor. *Niendorf et al.* bestimmen für den o.g. TWIP-Stahl die *Paris-Erdogan*-Parameter zu  $C = 2,0 \cdot 10^{-11}$  m/Schwingspiel und  $m = 2,7$  [141]. *Kamenova et al.* bestimmen für einen Stahl mit 18,4 Gew.-%Cr, 12,4 Gew.-%Mn und 0,75 Gew.-%N sowie 0,05 Gew.-%C die *Paris-Erdogan*-Parameter zu  $C = 2,0 \cdot 10^{-11}$  m/Schwingspiel und  $m = 2,0$  [144]. Damit sind die Rissausbreitungsgeschwindigkeiten des Fe-22Mn-0.52C-Stahls aus [141] in Abhängigkeit von der Spannungsintensitätsschwingbreite zu den CrNi(Mo)-Stählen und zum GCMn1.20 vergleichbar, während der Fe-18Cr-12Mn-0.75N-Stahl aus [144] zu den CrMnMo(N)- und CarNit-Stählen vergleichbare Rissgeschwindigkeiten aufweist.

Abbildung 77 und Abbildung 113 zeigen makroskopische Aufnahmen der CT-Probenbruchflächen (mit Ausnahme von Ni0.07 und NMn0.90). Bei allen Bruchflächen hebt

sich der Bereich des, im Rahmen der Messung zum stabilen Rissausfortschritt erzeugten, Ermüdungsbruches vom, im Rahmen der Burchzähigkeitsmessung erzeugten, Restgewaltbruch (immer links im Bild) ab.

Beim Werkstoff CNMn0.96 ist das Anschwingen der Probe bei mehreren Versuchen gescheitert, so dass die Rissstarterkerbe mittels Drahterosion vor Versuchsbeginn um ca. 5 mm verlängert wurde (glatte Fläche rechts vor der Ermüdungsbruchfläche).

Die Ermüdungsbruchflächen verlaufen orthogonal zur Krafteinleitungsrichtung sind eben, matt und samtartig rau und entsprechen damit der Beschreibung für Ermüdungsbruchflächen nach [145]. Die Ermüdungsbruchfläche des GCMn1.20 weist eine gröbere Struktur auf, was zu einem höheren Glanz führt und auf das grobe Korn des Werkstoffes zurückgeführt wird.

Der Verlauf der Ermüdungsrissfront ist bei allen Proben bogenförmig. Die Ermüdungsrissfronten der Werkstoffe NMn0.90, CNMn1.07 und GCMn1.20 weisen Unterschiede in den Risslängen zwischen den zwei Proberändern auf, die trotz größter Sorgfalt bei der Versuchsdurchführung eine Folge von Ausrichtungsungenauigkeiten der Spannzeuge oder etwaiger Fertigungsungenauigkeiten der Probengeometrie sein können. Die Risse sind im mittleren Bereich der Proben am weitesten vorangeschritten. Da in der Probenmitte der ebene Dehnungszustand dominiert, herrscht hier bezogen auf ein Volumensegment erhöhte Mehraxialität, was gegenüber den Randbereichen mit dominierendem ebenem Spannungszustand und damit einer im Vergleich zur Probenmitte geringeren Mehraxialität zu höheren Rissfortschrittsgeschwindigkeiten führt. Die gemessenen Rissfortschrittsgeschwindigkeiten sind somit, aufgrund der zur Messung verwendeten Potentialmethode, als etwaiger Mittelwert der im Bereich der Rissfront vorherrschenden Rissgeschwindigkeiten anzusehen.

Im Bereich des Restgewaltbruches ist deutlich die Probeneinschnürung erkennbar, was die hohe plastische Verformbarkeit aller untersuchten Werkstoffe demonstriert. Die Oberflächenmorphologie ist ausgehend von der Ermüdungsrissfront grob und wirkt ca. im letzten Flächendrittel bis –fünftel etwas feiner. Die Restgewaltbruchflächen sind, betrachtet man die Proben im Profil, gegenüber den Ermüdungsbruchflächen erhaben, was eine Folge der Einschnürung ist und dazu führt, dass die Risspitze vor Beginn des Restgewaltbruches deutlich an Schärfe verliert. Beim Restgewaltbruch handelt es sich aufgrund der Lage der Krafteinleitungsachse und des damit wirkenden Moments eher um einen zähen Biegegewaltbruch, der von einer mit einem Radius ausgeführten Kerbe ausgeht. Die in [145] beschriebene Zone 2 des Biegegewaltbruches fehlt oder ist makroskopisch aufgrund ihrer Größe nicht sichtbar.

Die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der bei stabiler Rissausbreitung erzeugten Ermüdungsbruchflächen weist wesentliche Unterschiede in den Oberflächenmorphologien zwischen den CrNi(Mo)-Stählen sowie dem GCMn1.20 und den übrigen Werkstoffen auf. Abbildung 114 und Abbildung 115 zeigen repräsentative Bruchflächen der untersuchten Werkstoffe an zwei Probenpositionen mit unterschiedlich groß ausgebildeter plastischer Zone. Die Ermüdungsbruchflächen der CrNi(Mo)-Stähle und des GCMn1.20 weisen sowohl bei  $r_{pl}'' \approx 0,20$  mm (Bereich A, Abbildung 114a) als auch bei  $r_{pl}'' \approx 0,45$  mm (Bereich B, Abbildung 115a) eine glatt anmutende Beschaffenheit auf, während die Ermüdungsbruchflächen der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle Strukturen mit scharfen Kanten aufweisen (Abbildung 114b und Abbildung 115b), die in den Flächen der von der Primärbruchfläche ausgehenden Sekundärrisse ebenfalls zu beobachten sind (CNMn1.07 in

Abbildung 115b). In allen Fällen handelt es sich um transkristalline Bruchflächen. Die Ausprägung der Schwingstreifen ist jedoch nicht so deutlich, wie es in den Ermüdungsbruchflächen der Ermüdungsproben (Abbildung 96) der Fall ist.

Da die Größe der plastischen Zone wesentlich von der Streckgrenze und der anliegenden Spannungsintensitätsschwingbreite abhängig ist, sind letztere und die Rissfortschrittsgeschwindigkeit innerhalb des jeweiligen Bereiches zwischen den Werkstoffgruppen unterschiedlich. Die Rissfortschrittsgeschwindigkeiten unterscheiden sich abhängig von  $r_{pl}''$  (Abbildung 114 und Abbildung 115) für die CrNi(Mo)-Stähle und den GCMn1.20 um ca. den Faktor 10, für die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle um ca. den Faktor 3 bis 4. D.h. trotz der nach Gleichung ( 22 ) (mit  $A = 0,5$  s. [50]) theoretisch bestimmten vergleichbaren plastischen Beanspruchung der Werkstoffe an der Riss Spitze müssen wesentliche Unterschiede in der Mikrostrukturentwicklung zwischen den Werkstoffgruppen vorliegen, die zu den um eine Größenordnung höheren Rissausbreitungsgeschwindigkeiten der CrNi(Mo)-Stähle und des GCMn1.20 gegenüber den CrMn(Mo)N- und CarNit-Stählen führen.

Mittels Härteprüfung und EBSD an, in Abbildung 16 dargestellt präparierten, Querschnittsproben der Werkstoffe NiMo0.09, NMnMo0.85, CNMn0.96 und GCMn1.20 durchgeführte Untersuchungen (Abbildung 117) sollten zur Klärung dieser Unterschiede beitragen.

Ein erster Vergleich der Ausgangszustände mit dem Gefüge unter den Bruchflächen mittels EBSD zeigt die Zunahme der KAM an Korn- und/oder Phasengrenzen (Abbildung 118), wobei zwischen den Werkstoffen leichte Unterschiede erkennbar sind. So scheint im Gefüge des NiMo0.09 und des CNMn0.96 eine leichte Zunahme der KAM auch im Korninneren erkennbar zu sein. Im Gefüge des NMnMo0.85 sind fast ausschließlich die Korngrenzen von der Zunahme der KAM betroffen, während im Gefüge des GCMn1.20 kaum Unterschiede sichtbar werden. Die GOS wird in jedem Fall mit unter  $1^\circ$  gemessen (nicht explizit gezeigt).

Abbildung 119 bis Abbildung 122 zeigen den Verlauf des Mittelwertes der berechneten KAM  $5^\circ 3R$  - Werte ausgehend von der Bruchfläche in das Probeninnere im Vergleich zum entsprechenden Wert des jeweiligen Referenzgefüges für die Untersuchungsbereiche A und B. Die EBSD-Mappings wurden hierzu in jeweils  $200\text{ }\mu\text{m}$  lange und mappingbreite Abschnitte unterteilt. Für jede der so entstandenen Flächen wurden der mittlere KAM  $5^\circ 3R$ -Wert und die Standardabweichung, dargestellt als Fehlerindikator, berechnet. Die höchsten Werte treten direkt im Bereich der Bruchfläche, nicht tiefer als  $400\text{ }\mu\text{m}$ , auf. Gegenüber den am Referenzgefüge ermittelten Werten, weist lediglich der CNMn0.96 ein erhöhtes Niveau in beiden Untersuchungsbereichen auf, wobei die höchsten gemessenen KAM  $5^\circ 3R$ -Werte maximal  $1^\circ$  betragen und kein Mittelwert  $0,7^\circ$  übersteigt. Es sei angemerkt, dass obwohl eine deutliche Zunahme der Verformung im Bereich der Korngrenzen in Abbildung 118 eindeutig erkennbar ist, die berechneten Werte der KAM und des GOS zur Einschätzung der Gefüge der CT-Proben unter der Ermüdungsbruchfläche als dem Referenzzustand gleichwertig führen müssten. Wie letzter in Kap. 3.1 würden die Gefüge aus Abbildung 118 dann als im technischen Verständnis bzgl. der Eigenspannungen 1. Ordnung als eigenspannungsfrei bewertet. Die vorhandene Auswerterroutine war jedoch insofern limitiert, als das eine Filterung von Daten für eine festgelegte Umgebung um eine, als solche erkannte,



Korngrenze nicht möglich war, so dass in den Mittelwerten und der Standardabweichung auch das Korninnere berücksichtigt wird.

Ein weiterer Ansatz zur Ermittlung der Gefügeeigenschaften unter der Bruchfläche erfolgte mittels Härteprüfung. Die Zunahme der KAM im Bereich der Korngrenzen bis über eine Entfernung von der Bruchfläche von 2,5 mm hinaus führte zur Annahme einer Härtezunahme in deren Bereich und zur Ausbildung einer deutlich größeren plastischen Zone, als durch z.B. *Bathias et al.* [50] (s. Gleichung ( 22 )  $A = 0,5$ ) beschrieben. Bei Verwendung von Gleichung ( 21 ) und  $K_{max}$  beträgt die hypothetische Größe der plastischen Zone  $r_{pl} \approx 5$  mm im Untersuchungsbereich A und  $r_{pl} \approx 10$  mm im Untersuchungsbereich B. Um die Auswirkung der Korngrenzenhärte zu erfassen, indem mehr als ein Korn innerhalb eines Härteeindrucks erfasst wird, wurden mittels der Härteprüfung nach Vickers bei einer Prüfkraft von 98,07 N (HV 10) Härteprofile, wie schematisch in Abbildung 117 dargestellt, ausgehend von der Ermüdungsbruchfläche ins Innere der CT-Probe aufgenommen. Wie Abbildung 123 entnommen werden kann, sind keine Tendenzen der Härteentwicklung bis zu einer Prüftiefe von 10 mm erkennbar. Vielmehr zeigen alle Werkstoffe eine Schwankung innerhalb der Referenzhärten der lösungsgeglühten Grundgefüge. Lediglich im Fall des NMnMo0.85 weist die Härte in den Messpunkten des Profils im Untersuchungsbereich B Werte auf, die den höchsten gemessenen Härtewerten des lösungsgeglühten Zustandes (Abbildung 123) entsprechen.

Die gewählten Ansätze zur Bestimmung der Größe der plastischen Zone, bzw. zur eingebrachten Verformung unter der Ermüdungsbruchfläche scheitern bzgl. der Quantifizierung an deren integralem Ansatz, da die Untersuchungsmethoden nicht auf die Umgebung der Korngrenzen allein beschränkt werden konnten. Qualitativ ist eine Bewertung möglich, die Betrachtung des KAM – Mappings ist hierfür jedoch unerlässlich, womit der Einfluss der subjektiven Wahrnehmung nicht ausgeschlossen werden kann.

Die Messung erhöhter KAM 3° 5R – Werte im Bereich der Ermüdungsbruchfläche führte weiterhin zu einer an das Vorgehen von *Bathias et al.* [50] angelehnten Detailuntersuchung an der Risspitze einer NiMo0.09 Probe mittels Kleinlasthärteprüfung bei einer Prüfkraft von 1,961 N (HV 0,2) im Untersuchungsbereich B (Abbildung 124). Auch hier traten keine zum Referenzzustand bzw. zum Profilverlauf abweichenden Werte auf. Dementsprechend ist, zumindest mittels Härteprüfung, weder Ver- noch Entfestigung im Bereich der Risspitze feststellbar.

Anhand von Abbildung 125 wird ein zweiter Ansatz zur Beschreibung des Gefüges im Bereich des Ermüdungsrissses dargestellt. So wurden in den Untersuchungsbereichen A und B je zwei Bereiche bei höherer Vergrößerung mit feiner gewählter Schrittweite untersucht. Sollen KAM – Mappings mit verschiedenen Schrittweiten miteinander vergleichbar bleiben, so muss die den jeweils betrachteten Messpunkt umgebende Fläche die gleiche Größe aufweisen. Hierzu muss die Anzahl der nächsten Nachbarn zum jeweiligen Messpunkt unter Berücksichtigung der Schrittweite angeglichen werden. Einfach ausgedrückt, wird die Schrittweite um den Faktor 10 feiner gewählt, so muss der die nächsten Nachbarn zum Messpunkt beinhaltende Radius um den Faktor 10 vergrößert werden. Aus dem Vergleich von Abbildung 125a und b ist ersichtlich, dass die Betrachtung von weniger Nachbarpunkten, bzw. einer kleineren Fläche zu weniger deutlich hervortretenden Strukturen in den Abbildungen führt. Der betrachtete Radius ist in der verwendeten Software auf maximal 10

Ringe um den Messpunkt beschränkt. Damit sind die KAM 5° 1R - Mappings bei der Schrittweite von 2 µm direkt mit den KAM 5° 10R - Mappings bei der Schrittweite von 2 µm vergleichbar. Der Vergleich von IPF || RD - und KAM 5° 10R - Mapping erlaubt die Feststellung, dass Bereiche mit höherer lokaler Missorientierung ebenfalls höhere Orientierungsgradienten aufweisen.

Abbildung 126 zeigt je zwei Detailmessungen analog zu Abbildung 125e und g im Untersuchungsbereich der ausgewählten Werkstoffe. Wie zuvor in den KAM 5° 3R - Mappings bei 2 µm Schrittweite, sind auch in den KAM 5° 10R - Mappings die höchsten Werte der Missorientierung im Bereich von Korn und Phasengrenzen erkennbar. Alle Werkstoffe weisen zur Bruchfläche, wie bereits in den KAM 5° 3R - Mappings angedeutet, eine Zunahme der KAM auf, was auf die Lokalisierung von plastischer Verformung in deren direkter Umgebung hindeutet. Verformungsinduzierte Zwillingsbildung oder Phasenumwandlung sind jedoch nicht erkennbar. Zusätzlich ist in allen Werkstoffen eine inhomogene Verteilung der KAM innerhalb der Körner sichtbar. Im Gefüge des CNMn0.96 finden sich Hinweise auf Gleitlinien, an denen die KAM zunimmt (Bereich 2 in Abbildung 126b).

Die Ergebnisse der Untersuchungen von *Bathias et al.* [50], *Kamenova et al.* [144] und *Niendorf et al.* [141] stimmen weitestgehend mit den hier vorliegenden Untersuchungsergebnissen überein. Im Bereich der Bruchfläche findet sich eine plastische Zone, in der Größenordnung von 10 µm bis 200 µm. Sowohl *Kamenova et al.* als auch *Niendorf et al.* finden nur geringfügige Veränderungen im Gefüge der jeweils untersuchten Legierungen zum unverformten Ausgangszustand vor. Im Gefüge des durch *Kamenova et al.* untersuchten CrMnN-Stahls wurden lediglich zusätzlich aktivierte Gleitsysteme festgestellt. Wie auch im Rahmen dieser Arbeit haben weder *Niendorf et al.* noch *Kamenova et al.* die Bildung von Verformungszwillingen oder verformungsinduzierten Phasen beobachten können.

Der wesentliche Unterschied ist die Feststellung der Zunahme der KAM im Bereich der Korn- und Phasengrenzen, die höchstwahrscheinlich eine Folge von Versetzungsaufstau an ebendiesen ist. Da die Größe der plastischen Zone unter der Ermüdungsbruchfläche der durch *Bathias et al.* beschriebenen Größenordnung entspricht, ist der postulierte Versetzungsaufstau an Korn- und Phasengrenzen die mögliche Folge der zyklischen Zugschwellbeanspruchung. Da die im Restquerschnitt der CT-Proben anliegende Spannung bei keiner Probe und zu keinem Zeitpunkt 100 MPa übersteigt, kann der Belastungszustand abseits der Rissspitze mit demjenigen von Ermüdungsproben bei niedrigen zyklischen Lasten verglichen werden. Da alle untersuchten Werkstoffe bei Beanspruchung mit niedrigen zyklischen Lasten ebenes Gleitverhalten der Versetzungen aufweisen können lediglich Korn-, Zwillings- und Phasengrenzen als Hindernisse für Versetzungsbewegung dienen, womit auch nur an diesen ein Versetzungsaufstau möglich ist.

Obwohl die durchgeführten Gefügeuntersuchungen keine wesentlichen Unterschiede im Bereich der plastischen Zone an der Ermüdungsbruchfläche zwischen den Werkstoffen aufzeigen, muss das Gleitverhalten der Versetzungen eines Werkstoffes auch im Fall der Rissausbreitung der entscheidende Faktor bzgl. der Versagensgeschwindigkeit bzw. Rissfortschrittsgeschwindigkeit sein.

*Kamenova et al.* weisen in [144] mittels TEM die Bildung von Versetzungszellwänden im Gefüge an der Rissspitze eines Werkstoffes vom Typ AISI 304L nach, während der untersuchte Fe-18Cr-12Mn-0.75N-Stahl an der Rissspitze lediglich deutlich ausgeprägte



Gleitlinien aufweist. Das lässt die Vermutung zu, dass in Werkstoffen, die welliges Gleitverhalten der Versetzungen aufweisen, ein Riss entlang der Zellwände voranschreitet, die eine für den vorliegenden Zustand kritische Versetzungsdichte erreicht haben und keine weiteren Versetzungen mehr aufnehmen können. Eine unter diesen Bedingungen entstehende Ermüdungsbruchfläche müsste eine Oberflächenmorphologie vergleichbar zu derjenigen der CrNi(Mo)-Stähle und des GCMn1.20 aufweisen, da sich die Rissausbreitungsrichtung abhängig von der anliegenden Last je nach Bedarf innerhalb kurzer Streckenabschnitte ändern kann. In Werkstoffen, die planares Gleitverhalten der Versetzungen aufweisen, kann ein Riss nur entlang der für die Versetzungsgleitung zur Verfügung stehenden Gleitebenen voranschreiten. Wie im Fall der Ermüdung werden hier Gleitsysteme bevorzugt, die bereits durch das Überschreiten einer kritischen Schubspannung, die für Versetzungsbewegung erreicht werden muss, aktiviert worden sind. D.h. in diesen Gleitsystemen ist die Nahordnung bereits gestört und der Gleitwiderstand für Versetzungsbewegung ist niedriger als in anderen möglichen noch nicht aktivieren Gleitsystemen [35]. Damit kann sich die Rissausbreitungsrichtung erst bei viel höheren lokal vorliegenden Lasten durch z.B. das Quergleiten, welches in diesen Werkstoffen auch erschwert ist, der Rissfront (sog. „crack deflection“) zu anderen Gleitsystemen ändern. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit in Werkstoffen mit planarem Gleitverhalten der Versetzungen wird damit durch drei wesentliche Faktoren bestimmt:

1. Die zur Versetzungsbewegung erforderliche Schubspannung ist durch die Nahordnung per se höher, als in Werkstoffen ohne Nahordnung
2. Die effektive Schubspannung hängt von der Orientierung der Gleitsysteme und damit der Kornorientierung bzgl. der anliegenden Last ab (Schmidt-Faktor)
3. Der durch die aus 2. ungünstigen Ausbreitungsbedingungen zusätzlich erzeugten freien Oberfläche, da deren Entstehung zusätzliche Energie erfordert

Das gleichzeitige Wirken dieser drei Faktoren trägt wesentlich zur Abnahme der Rissausbreitungsgeschwindigkeit in den Werkstoffen mit hoher Nahordnung, wie es die CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle sind, bei.

Die instabile Rissausbreitung ist durch die deutlich erkennbare Einschnürung des ursprünglichen Restligaments der CT-Probe charakterisiert. Abbildung 127 zeigt ausgewählte Bruchflächen der untersuchten Werkstoffe. Alle Bruchflächen weisen Wabenstrukturen zum Teil auch Sekundärrisse auf, womit es sich um zähe Gewaltbrüche handelt. Die Größe der Waben kann für alle Werkstoffe außer GCMn1.20 grob mit der Korngröße korreliert werden. Im Gegensatz zu den Ermüdungsbruchflächen ist die Verformung des Gefüges unter der Gewaltbruchfläche deutlich ausgeprägter (Abbildung 128). Hier werden Unterschiede zum Gefüge der Zugproben erkennbar. Die Ausbildung einer eindeutigen Textur ist nicht gegeben, obwohl in einem großen Anteil der Körner starke Orientierungsschwankungen erkennbar sind (Abbildung 128a). Die betroffenen Körner weisen Farbcodierungen auf die in etwa der  $\{112\}$  und  $\{212\}$  Orientierung zuzuordnen sind. Allerdings ist ein großer Anteil von Körnern mit  $\{101\}$  Orientierung vorhanden, die im Gefüge der Zugproben nach durchgeführtem Zugversuch nicht mehr auffindbar sind. Im in Abbildung 128b gezeigten KAM  $5^\circ$  5R – Mapping sind Missorientierungswinkel bis  $5^\circ$  erkennbar. Im Bereich der Korngrenzen erreicht die Missorientierung fast ausschließlich mindestens  $2,5^\circ$ . *Niendorf et al.* untersuchen in [141] den Bereich des Restgewaltbruches einer CT-Probe des Stahls Fe-22Mn-0.52C und

betonen ausdrücklich, dass deren Mikrostruktur derjenigen der Zugproben gleicht. Der Unterschied muss in der Verwendung der verschiedenen Untersuchungsmethoden begründet sein. Die Präparation von TEM Proben führt immer zu sehr lokalen Aussagen. Je nach Position ist davon auszugehen, dass auch in der Restgewaltbruchfläche der hier untersuchten CT-Proben verformungsinduzierte Zwillingsbildung und ggf. Phasenumwandlung nachweisbar wären, trotzdem ist anhand der EBSD – Messungen erkennbar, dass es sich beim Zugversuch um einen zur Bruchzähigkeitsmessung unterschiedlichen Lastfall handelt, der zu Abweichungen in der Mikrotextur und –struktur führt.

Einen besonders positiven Einfluss auf die vorläufige (zyklische) Bruchzähigkeit ist dem Stickstoff zuzuschreiben (Abbildung 80). Eine mikrostrukturell bedingte Ursache ist aus den vorliegenden Untersuchungsergebnissen jedoch nicht direkt ableitbar. Es ist ein Zusammenhang zur Verfestigungsrate unter monotoner Beanspruchung denkbar, da die Werkstoffe mit der höchsten Verfestigungsrate jeweils die niedrigste Bruchzähigkeit in der jeweiligen Gruppe aufgeteilt nach planarem bzw. welligem Gleitverhalten der Versetzungen aufweisen. Abbildung 129 vergleicht die Dauerfestigkeit mit dem reziproken *Paris-Erdogan*-Exponenten und der vorläufigen zyklischen Bruchzähigkeit. Es ist erkennbar dass die Kombination aus den jeweils höchsten Werten von den druckaufgestickten Stählen NMn0.90 und NMnMo0.85 erreicht wird. Mit  $\Delta K_Q > 75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  weisen die CarNit-Stähle vergleichbare Werte zum interstitiell wesentlich niedriger legierten NMn0.71 und deutlich höhere Werte als die CrNi(Mo)-Stähle bzw. der GCMn1.20, mit der niedrigsten vorläufigen Bruchzähigkeit, auf.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

### 5.1 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde das mechanische Verhalten der lösungsgeglühten Zustände einer als CarNit-Stähle bezeichneten Gruppe nichtrostender austenitischer CrMnCN-Stähle im Vergleich zu ausgewählten CrNi(Mo)- sowie CrMn(Mo)N-Stählen und zum hochkohlenstofflegierten MnC- bzw. Hadfield-Stahl untersucht. Zugversuche (quasistatische Belastung bis zum Bruch) und Ermüdungsversuche (zyklische totaldehnungskontrollierte Belastung bis zum Probenversagen oder  $2 \cdot 10^6$  SSP) wurden an ungekerbten Laborproben durchgeführt. Die Untersuchung des stabilen Rissausbreitungsverhaltens und die Bestimmung einer vorläufigen Bruchzähigkeit erfolgten an gekerbten CT-Laborproben. Die Oberfläche jeder Laborprobe lag zu Versuchsbeginn im polierten Zustand vor. Die Versuche wurden bei Raumtemperatur an Luft durchgeführt. Im Versuchsverlauf wurde die Werkstoffantwort gemessen:

1. die aus der Probenverlängerung resultierende Spannung während der Zugversuche
2. in festgelegten Abständen die Spannung-Dehnung-Hysteresen während der Ermüdungsversuche
3. die Risslänge und der aus dieser, der anliegenden Kraft und der Probengeometrie resultierende Spannungsintensitätsfaktor während der Versuche zur stabilen Rissausbreitung
4. die Kraft und die Verschiebung während der Versuche zur Bestimmung der vorläufigen Bruchzähigkeit

Nach Probenbruch wurde die Ober- und Bruchflächenmorphologie der Proben mittels Makroskopie und Rasterelektronenmikroskopie untersucht. Die Analyse der Mikrotextur und -strukturentwicklung wurde mittels Rasterelektronenmikroskopie in Verbindung mit Rückstreuелеktronenbeugung durchgeführt. Die Mikrostruktur der ungekerbten Proben im ermüdeten Zustand wurde zusätzlich mittels Transmissionselektronenmikroskopie untersucht.

Die mechanischen Eigenschaften der untersuchten Stähle weisen eine starke Abhängigkeit vom Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Legierungselemente Kohlenstoff und Stickstoff auf. Das Optimum des Legierungsanteils an interstitiellen Elementen liegt bei etwa 0,9 Gew.-%<sub>N(+C)</sub>.

Die CarNit-Stähle weisen gegenüber den CrNi(Mo)-Stählen und dem Hadfield-Stahl im Zugversuch höhere und zu den CrMn(Mo)N-Stählen sowohl bzgl. der Festigkeit als auch der Duktilität vergleichbare Eigenschaften auf. Weiterhin weisen die CarNit-Stähle, sowohl im Vergleich zu den hier untersuchten Werkstoffen als auch zu in anderen Arbeiten untersuchten TWIP-Stählen aus dem Legierungssystem Fe-Mn-C, die höchsten Verfestigungsraten auf. Das Verfestigungsverhalten kann auf deren starke Neigung zur Zwillingsbildung und damit einhergehend den dynamischen Hall-Patch-Effekt und zusätzlich, sehr wahrscheinlich, auch die Wechselwirkung des Kohlenstoffes bei gleichzeitigem Zulegieren von Kohlenstoff und Stickstoff mit den Versetzungen zurückgeführt werden. Die Mikrotexturentwicklung der CarNit-Stähle weist keine Unterschiede zu den CrMn(Mo)N- und in anderen Arbeiten untersuchten TWIP-Stählen aus dem Legierungssystem Fe-Mn-C auf. Nach quasistatischer

Beanspruchung bis zum Bruch ist im Gefüge der CarNit-Stähle, so wie im Gefüge der CrMn(Mo)N-Stähle  $\varepsilon$ -Fe nachweisbar.

Bei gleichen Legierungsanteilen an im Mischkristall gelöstem Kohlen- und/oder Stickstoff weisen die CarNit-Stähle zu den CrMn(Mo)N-Stählen vergleichbare und zu den CrNi(Mo)-Stählen und dem Hadfield-Stahl wesentlich höhere Werte der Dauerfestigkeit auf.

Ein wesentlicher Grund ist hierbei das planare Gleitverhalten der Versetzungen, welches bei allen geprüften Belastungsamplituden erhalten bleibt und das Quergleiten von Versetzungen wesentlich erschwert. Ursache des streng planaren Gleitverhaltens ist die ausgeprägte Nahordnung sowohl in den CarNit- als auch in den CrMn(Mo)N-Stählen. Diese führt zu einer, aufgrund der resultierenden Gitterverzerrung vom Anteil der interstitiellen Legierungselemente abhängigen und gegenüber Werkstoffen ohne ausgeprägte Nahordnung wesentlich höheren, für die Versetzungsbildung und -bewegung erforderlichen Initialschubspannung. Eine gewisse Reversibilität der Versetzungsbewegung, da bei Lastumkehr die Versetzungsbewegung in umgekehrter Richtung in demselben Gleitsystem stattfindet führt zur Verlangsamung der Rissinitiierung. Die Mikrotexturentwicklung der CarNit-Stähle ist mit derjenigen der CrMn(Mo)N-Stähle vergleichbar. Im Bereich der Bruchfläche sind Mikro- und Nanozwillinge sowie Strukturen erkennbar, bei denen es sich sehr wahrscheinlich um  $\varepsilon$ -Fe handelt.

Die Rissfortschrittsgeschwindigkeiten der sich stabil ausbreitenden Risse der CarNit-Stähle sind bei gleichen Spannungsintensitätsschwingbreiten um eine Größenordnung niedriger, als die der CrNi(Mo)-Stähle sowie des Hadfield-Stahls und mit denjenigen der CrMn(Mo)N-Stähle vergleichbar.

Auch hier scheint die ausgeprägte Nahordnung die Ursache zu sein, da diese zu planarem Gleitverhalten der Versetzungen in der stark lokalisierten zyklischen plastischen Zone führt, was jedoch lediglich aus der Ermüdungsflächenmorphologie abgeleitet werden kann. Die Gefügeuntersuchung weist keine wesentlichen Unterschiede zwischen den Werkstoffen auf. Da die zur Versetzungsbildung und -bewegung erforderliche Schubspannung, wie bereits beschrieben, durch die Nahordnung per se höher ist, als in Werkstoffen ohne Nahordnung und diese zudem von der Orientierung der Gleitsysteme und damit der Kornorientierung bzgl. der anliegenden Last abhängig ist, können die Ausbreitungsbedingungen für einen Riss in einer Gleitebene mitunter sehr ungünstig sein. Da das Quergleiten ebenfalls erschwert ist, ist der Wechsel der Gleitebene mit einem zusätzlichen Widerstand verbunden. Hierdurch wird während der Rissausbreitung gegenüber den CrNi(Mo)-Stählen und dem Hadfield-Stahl eine größere freie Oberfläche erzeugt, was zur Entstehung und damit Rissausbreitung zusätzliche Energie erfordert.

Bezüglich der Bruchzähigkeit weisen die CrMn(Mo)N-Stähle die höchsten Werte auf, was im Zusammenhang mit der Verfestigungsrate bei quasistatischer Belastung zu stehen scheint und auf das Element Stickstoff als wesentliches interstitielles Legierungselement zurückzuführen zu sein scheint.

Bei der Werkstoffauswahl in Abhängigkeit von den ermittelten mechanischen Eigenschaften wäre der optimale Werkstoff jeweils in der oberen rechten Ecke der Abbildung 28 und Abbildung 129 zu suchen.

## 5.2 Ausblick

Zur Klärung der Vorgänge in der plastischen Zone werden weitere Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie empfohlen. Die Untersuchungen sollten sowohl zur Bestimmung der Gefügemorphologie im Bereich der Korngrenzen abseits der Ermüdungsbruchfläche als auch direkt unter der Ermüdungsbruchfläche dienen. Weiterhin könnte mittels Mikrohärteprüfung bzw. Nanoindentation die Bestimmung der Größe des plastisch stark beanspruchten Bereiches direkt unter der Ermüdungsbruchfläche erfolgen. Hierbei sollte jedoch der Einfluss der Kornorientierung bei der Nanoindentation berücksichtigt werden.

*Berns et al.* weisen in [117] die Erhöhung der Dauerfestigkeit des CNMn0.96 nach Kaltverfestigung nach. Daher sollte, der Vergleichbarkeit wegen, in weiteren totaldehnungskontrollierten Versuchen die Mikrostruktur der CarNit-Stähle in gezielt eingestellten vorverformten Zuständen auf die wirkenden Mechanismen hin untersucht werden, da so ggf. ein Optimum an Vorverformung zur Einstellung der maximal erreichbaren Dauerfestigkeit identifiziert werden kann.

Sowohl die lösungsgeglühten als auch vorverformten Zustände werden unter realen Einsatzbedingungen in der Regel auch tribologischen und korrosiven Lasten sowie aus der Überlagerung dieser Lasten bestehenden Lastkollektiven ausgesetzt, daher sollten die Werkstoffe zusätzlich zur Bestimmung der Eigenschaften anhand von Laborversuchen unter entsprechend anwendungsnahen Bedingungen geprüft werden.

Weiterhin sollten Versuche zur Erzeugung fein im Korn verteilter Ausscheidungen durchgeführt werden, da diese sehr wahrscheinlich zur Steigerung der Dauerfestigkeit der Stähle beitragen könnten.



## 6 Tabellen

**Tabelle 1: Bezeichnung, chemische Zusammensetzung und Wärmebehandlungsparameter der untersuchten Werkstoffe**

	Ni - Austenite		Mn - Austenite						
legiert mit	CrNi	CrNiMo	MnC	CrMnN		CrMnMoN	CrMnCN		
marktübliche Bezeichnung	AISI 304	AISI 316L	Hadfield Stahl	P 900 <sup>a</sup>	P 900 N <sup>a</sup>	P 2000 <sup>a</sup>	CarNit		
Werkstoffnummer	1.4307	1.4404	1.3403	1.3816	1.3815	1.4452	-	-	-
Werkstoff	Ni0.07	NiMo0.09	GCMn1.20	NMn0.71	NMn0.90	NMnMo0.85	CNMn0.85	CNMn0.96	CNMn1.07
T <sub>LG</sub> [°C]	1050	1070	1050	1085	1085	1150	1150	1150	1150
t <sub>LG</sub> [min.]	45	45	45	45	45	45	45	45	45
Al	0,003	-	0,034	0,013	0,015	0,001	0,007	0,008	0,009
C	0,026	0,018	1,200	0,086	0,065	0,100	0,260	0,344	0,489
Co	0,12	0,11	0,01	0,02	-	0,01	-	-	-
Cr	17,86	16,56	0,10	18,16	18,18	17,26	18,26	18,20	18,82
Cu	0,352	0,27	0,02	0,03	-	0,04	0,03	-	-
Fe	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.
Mn	1,86	1,75	12,17	19,32	18,93	12,30	18,52	18,89	18,89
Mo	0,30	2,04	-	0,06	0,04	3,03	0,04	0,06	0,07
N	0,040	0,076	-	0,627	0,830	0,750	0,590	0,614	0,578
Nb	0,02	-	-	-	-	0,01	0,01	-	-
Ni	8,32	10,15	0,05	0,35	0,38	0,14	0,26	0,34	0,41
P	0,029	0,030	0,011	0,021	0,018	0,017	0,018	0,018	0,020
S	0,024	0,024	0,004	0,001	0,001	0,008	0,001	0,002	0,002
Si	0,56	0,38	0,42	0,40	0,30	0,81	0,26	0,30	0,43
Ti	0,01	-	-	-	-	-	-	-	-
V	0,09	-	0,01	0,06	0,06	0,03	0,05	0,04	0,05
C+N	0,066	0,094	1,200	0,713	0,895	0,850	0,850	0,958	1,067
N/C	1,536	4,222	0,000	7,291	12,769	7,500	2,269	1,782	1,183
C/N	0,651	0,237	∞	0,137	0,078	0,133	0,441	0,561	0,845

<sup>a</sup>Handelsübliche Produktbezeichnung der Energietechnik Essen GmbH, Essen, Germany

**Tabelle 2: Abmessungen der verwendeten CT-Proben**

Werkstoff	Abmessung [mm]			Abstand des Potentialabgriffes [mm]
	$W$	$B$	$a_0$	$2y_0$
Ni0.07 NiMo0.09 NMn0.71 NMnMo0.85 CNMn0.85 CNMn1.07	51,0	25,4	10,2	20,0
CNMn0.96	51,0	16,8	10,2	
NMn0.90 GCMn1.20	33,2	15,3	6,6	11,8

$W$  - Probenlänge,  $B$  - Probenbreite,  $a_0$  - Ausgangsrisslänge

**Tabelle 3: Resultierende Spannungszunahmegeschwindigkeiten und Dehnraten während der Zugversuche**

Werkstoff	Ni0.07	NiMo0.09	GCMn1.20	NMn0.71	NMn0.90	NMnMo0.85	CNMn0.85	CNMn0.96	CNMn1.07
Spannungs- anstiegs- geschwin- digkeit [MPa/s]	58	59	46	49	50	50	49	48	49
Dehnrates [%/s]	0,0299	0,0309	0,0231	0,0252	0,0258	0,0256	0,0249	0,0247	0,0259

**Tabelle 4: Resultierende maximale Dehnraten während der totaldehnungskontrollierten Ermüdungsversuche**

Totaldehnungsamplitude [%]	Frequenz [Hz]	max. Dehnrates [%/s]
1,50	0,5	4,71
1,00	0,5	3,14
0,80	0,5	2,51
0,50	2,5	7,85
0,30	2,5	4,71
0,20	2,5	3,14
0,18	2,5	2,83
0,17	2,5	2,67
0,16	2,5	2,51
0,15	2,5	2,36
0,14	2,5	2,20
0,13	2,5	2,04
0,12	2,5	1,89
0,11	2,5	1,73
0,10	2,5	1,57

**Tabelle 5: Literaturübersicht zur Mikrostrukturentwicklung der untersuchten Werkstoffe unter quasistatischer bzw. zyklischer Beanspruchung - Teil 1: konventionelle austenitische Stähle, Hadfield Stahl**

Werkstoff	vgl. mit	Belastungszustand	Methode	Zustand	Author & Quelle
AISI 304(L) bzw. 1.4301, 1.4307, 1.4306	Ni0.07	quasistatisch	TEM	p	<i>Mangonon et al.</i> [72]
				p	<i>Lecroisey et al.</i> [82]
				p	<i>Murr et al.</i> [81]
		zyklisch	REM + EBSD	p	<i>Hahnenberger et al.</i> [78]
			TEM	p	<i>Bayerlein et al.</i> [120]
				p	<i>Hahnenberger et al.</i> [78]
1.4441	NiMo0.09	quasistatisch	Limi	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
			REM	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
			REM + EBSD	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
			TEM	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
		zyklisch	Limi	p	<i>Göbbeler</i> [40]
			REM	p	<i>Göbbeler</i> [40]
			REM + EBSD	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
			TEM	p	<i>Göbbeler</i> [40]
Hadfield-Stahl	GCMn1.20	quasistatisch	TEM	e	<i>Astafurova et al.</i> [99]
				p	<i>Dastur et al.</i> [94]
				p	<i>Gauzzi et al.</i> [100]
				p	<i>Adler et al.</i> [95]
			XRD	p	<i>Adler et al.</i> [95]
		zyklisch	Limi	p	<i>Kang et al.</i> [126]
			REM	p	<i>Kang et al.</i> [126]
			TEM	p	<i>Kang et al.</i> [126]

e – einkristallin, o – oligokristallin, p – polykristallin

**Tabelle 6: Literaturübersicht zur Mikrostrukturentwicklung der untersuchten Werkstoffe unter quasistatischer bzw. zyklischer Beanspruchung - Teil 2: hochstickstofflegierte austenitische Stähle (AHNS bzw. CrMn(Mo)N-Stähle) und hochinterstitielllegierte austenitische Stähle (AHIS bzw. CarNit-Stähle)**

Werkstoff	vgl. mit	Belastungszustand	Methode	Zustand	Author & Quelle
1.3816	NMn0.71	quasistatisch	Limi	p	<i>Koutsky et al.</i> [102]
			TEM	p	<i>Gavriljuk et al.</i> [101]
				p	<i>Koutsky et al.</i> [102]
			XRD	p	<i>Gavriljuk et al.</i> [101]
				p	<i>Koutsky et al.</i> [102]
		Kappenring nach Einsatz	TEM	p	<i>Gavriljuk et al.</i> [101]
			XRD	p	<i>Gavriljuk et al.</i> [101]
Fe18Cr18Mn0.63N		zyklisch	TEM	p	<i>Shao et al.</i> [128]
1.3815	NMn0.90	quasistatisch	TEM	p	<i>Taillard et al.</i> [104]
			XRD	p	<i>Taillard et al.</i> [104]
1.4452	NMnMo0.85	quasistatisch	Limi	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
			REM	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
			REM + EBSD	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
			TEM	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
		zyklisch	Limi	p	<i>Tikhovskiy</i> [41]
			REM	p	<i>Tikhovskiy</i> [41]
			REM + EBSD	p, o	<i>Weiß S.</i> [87]
			TEM	p	<i>Tikhovskiy</i> [41]
CN0.85, CN0.96, CN1.07	CNMn0.85, CNMn0.96, CNMn1.07	quasistatisch	Limi	p	<i>Riedner</i> [9]
				p	<i>Berns et al.</i> [10],[107]
			REM	p	<i>Riedner</i> [9]
				p	<i>Berns et al.</i> [10],[107]
			TEM	p	<i>Riedner</i> [9]
				p	<i>Berns et al.</i> [10],[107]
CN0.96	CNMn0.96		TEM	p	<i>Gavriljuk et al.</i> [108]

e – einkristallin, o – oligokristallin, p – polykristallin

**Tabelle 7: Präparationsvorschrift für lichtmikroskopische Untersuchungen**

Präparationsschritt		durchgeführt mit:	
1	Nasstrennen	ATM Brilliant 221	<i>Parameter</i> 1,3 mm/min, 4000 min <sup>-1</sup>
			<i>Verbrauchsmaterial</i> Struers Trennscheibe 50A15
2	Warmeinbetten	Buehler SimpliMet™ 3000	<i>Parameter</i> 150 °C, 200 bar
			<i>Verbrauchsmaterial</i> EpoMet® F Molding Compound
3	Nassschleifen	Buehler Automet® 2	<i>Parameter</i> 300 min-1, Gegenlauf, 10 lbs (~4,5 kg), 2 min
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. P800 SiC-Schleifpapier 2. P1200 SiC-Schleifpapier
4	Polieren	Struers RotoPol-31	<i>Parameter</i> 150 min-1, Gleichlauf, 20 N, 2 bis 5 min.
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. 6 µm polykristalliner ATM Diamantpaste auf Wasserbasis mit Struers DAC Poliertuch 2. 1 µm polykristalliner ATM Diamantpaste auf Wasserbasis mit Struers DAC Poliertuch
5	Ätzen	Manuell	s. Tabelle 8a

Zwischen den einzelnen Präparationsschritten werden die Proben 45 - 60 Sekunden in Ethanol gereinigt und anschließend mit einem Haushaltsföhn im warmen Luftstrahl getrocknet.



**Tabelle 8: Verwendete Elektrolyte und Ätzmittel****a) Lichtmikroskopie**

Werkstoff(e) Ni0.07, NiMo0.09			
Ätzmittel V2A – Beize			
Zusammensetzung		Temperatur	Ätzdauer
100 cm³	dest. Wasser - H <sub>2</sub> O	50-70 °C	ca. 10-30 Sekunden
100 cm³	Salzsäure - HCl ( 37% )		
10 cm³	Salpetersäure - HNO <sub>3</sub>		
0,2 - 2 cm³	Sparbeize (nach Dr. Vogel)		
Werkstoff(e) NMn0.71, NMn0.90, NMnMo0.85, CNMn0.85, CNMn0.96, CNMn1.07			
Ätzmittel modifiziertes Ätzmittel nach Marble			
Zusammensetzung		Temperatur	Ätzdauer
50 cm³	dest. Wasser – H <sub>2</sub> O	20-25 °C	ca. 20 Sekunden
50 cm³	Salzsäure – HCl ( 37% )		
4 g	Kaliumdisulfid		
Werkstoff(e) GCMn1.20			
Ätzmittel Nital (alkoholische Salpetersäure)			
Zusammensetzung		Temperatur	Ätzdauer
98 cm³	Ethanol - C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	20-25 °C	ca. 5 Sekunden
2 cm³	Salpetersäure - HNO <sub>3</sub>		

**b) Rückstreuelektronenbeugung (EBSD)**

Werkstoff(e) Ni0.07, NiMo0.09, NMn0.71, NMn0.90, NMnMo0.85, CNMn0.85, CNMn0.96, CNMn1.07			
Elektrolyt A2			
<i>Zusammensetzung</i>		<i>Maskenfläche</i>	<i>Spannung</i>
700 cm <sup>3</sup>	Ethanol - C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	0,5 cm <sup>2</sup>	25 V
120 cm <sup>3</sup>	dest. Wasser - H <sub>2</sub> O	<i>Flußrate</i>	<i>Temperatur</i>
100 cm <sup>3</sup>	Diethylenglycolmonobuthylether	12	25 °C
18 cm <sup>3</sup>	Perchlorsäure – HClO <sub>4</sub> ( 70 - 72 % )	<i>Ätzdauer</i>	
		10-30 Sekunden	
Werkstoff(e) GCMn1.20			
Ätzmittel Nital (alkoholische Salpetersäure)			
<i>Zusammensetzung</i>		<i>Temperatur</i>	<i>Ätzdauer</i>
99,5 cm <sup>3</sup>	Ethanol - C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	20-25 °C	unter. 5 Sekunden
0,5 cm <sup>3</sup>	Salpetersäure - HNO <sub>3</sub>		

**c) Transmissionselektronenmikroskopie**

Werkstoff(e) NMn0.71, CNMn0.85, CNMn0.96, CNMn1.07, GCMn1.20			
Elektrolyt A8			
<i>Zusammensetzung</i>		<i>Strom</i>	<i>Photosensitivität</i>
950 cm <sup>3</sup>	Essigsäure - CH <sub>3</sub> COOH (99 - 100 %)	100 mA	2 – 4
50 cm <sup>3</sup>	Perchlorsäure - HClO <sub>4</sub> (70 - 72 %)	<i>Flußrate</i>	<i>Temperatur</i>
		6 - 7	< 10 °C

**Tabelle 9: Zur Analyse der Beugungsmuster verwendete Phasen**

Phase	Kristallstruktur	Gitterparameter		Quelle
		Winkel	Gitterkonstanten	

a) Verwendet zur EBSD- und TEM-Feinbereichsbeugungsanalyse

$\gamma$ -Fe	kubisch (kfz)	$\alpha = 90^\circ$	a = 3,65 Å	[146]
$\varepsilon$ -Fe	hexagonal (hdp)	$\alpha = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$	a = 2,54 Å c = 4,08 Å	[147, 148]
$\alpha$ -Fe	kubisch (krz)	$\alpha = 90^\circ$	a = 2,87 Å	[146]
$\alpha'$ -Fe	tetragonal (trz)	$\alpha = 90^\circ$	a = 2,85 Å c = 3,02 Å	[146]

b) Verwendet zur TEM-Feinbereichsbeugungsanalyse

$\text{Cr}_{23}\text{C}_6$	kubisch (kfz)	$\alpha = 90^\circ$	a = 10,66 Å	[146]
$\text{Cr}_2\text{N}$	hexagonal (hdp)	$\alpha = 90^\circ$ $\gamma = 120^\circ$	a = 4,79 Å c = 4,42 Å	[146]
$\text{Cr}_2\text{N}$	orthorombisch	$\alpha = 90^\circ$	a = 5,53 Å b = 4,83 Å c = 4,42 Å	[146]
$\text{Fe}_3\text{C}$	orthorombisch	$\alpha = 90^\circ$	a = 5,09 Å b = 6,75 Å c = 4,52 Å	[146]

kfz = kubischflächenzentriert, krz = kubischraumzentriert,  
 trz = tetragonalraumzentriert, hdp = hexagonal dichtest gepackt,

**Tabelle 10: Präparationsvorschrift für Untersuchungen mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS) und Rückstreuелеlektronenbeugung (EBSD)**

Präparationsschritt		durchgeführt mit:	
1	Nasstrennen	ATM Brilliant 221	<i>Parameter</i> 1,3 mm/min, 4000 min <sup>-1</sup>
			<i>Verbrauchsmaterial</i> Struers Aluminiumoxidtrennscheibe 50A15
2	Warmeinbetten	Buehler SimpliMet™ 3000	<i>Parameter</i> 150 °C, 200 bar
			<i>Verbrauchsmaterial</i> EpoMet® F Molding Compound
3	Nassschleifen	Buehler Automet® 2	<i>Parameter</i> 300 min <sup>-1</sup> , Gegenlauf, 10 lbs (~4,5 kg), 2 min
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. P800 SiC-Schleifpapier 2. P1200 SiC-Schleifpapier
4	Polieren	Struers RotoPol-31	<i>Parameter</i> 150 min <sup>-1</sup> , Gleichlauf, 20 N, 2 bis 5 min.
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. 9 µm polykristalliner ATM Diamantpaste auf Wasserbasis mit Struers DAC Poliertuch und DP-Lubricant Blue 2. 3 µm polykristalliner ATM Diamantpaste auf Wasserbasis mit Struers DAC Poliertuch und DP-Lubricant Blue 3. 0,05 µm Struers MasterPrep® Aluminiumoxid Poliermittel mit Struers OP-Chem Poliertuch (letzte 30 Sek. nur mit Wasser gespült)
5	Vibropolieren	Buehler VibroMet 2	<i>Parameter</i> 50% Amplitude, 2 h
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 0,05 µm Struers MasterPrep® Aluminiumoxid Poliermittel mit Buehler MicroCloth Poliertuch
6	Elektropolieren	Struers LectroPol-5	s. Tabelle 8b

Zwischen den einzelnen Präparationsschritten werden die Proben 45 - 60 Sekunden in Ethanol gereinigt und anschließend mit einem Haushaltsföhn im warmen Luftstrahl getrocknet

**Tabelle 11: Zusammenhang zwischen Netzebenenabstand und der Kristallstruktur der in Tabelle 9 genannten Phasen - Auszug aus [63]**

Kristallstruktur	positive Interferenz	Gitterebenenabstand $d_{hkl}$ , Winkel $\phi$ zwischen zwei Ebenen
kubisch	$h, k, l = 2n$ kfz                    oder $h, k, l \neq 2n$	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$
	krz $h + k + l = 2n$	$\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}}$
tetragonal	-	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$ $\cos \phi = \frac{\frac{h_1 h_2 + k_1 k_2}{a^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2}}{\sqrt{\left(\frac{h_1^2 + k_1^2}{a^2} + \frac{l_1^2}{c^2}\right)\left(\frac{h_2^2 + k_2^2}{a^2} + \frac{l_2^2}{c^2}\right)}}$
ortho- rombisch	-	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$ $\cos \phi = \frac{\frac{h_1 h_2}{a^2} + \frac{k_1 k_2}{b^2} + \frac{l_1 l_2}{c^2}}{\sqrt{\left(\frac{h_1^2}{a^2} + \frac{k_1^2}{b^2} + \frac{l_1^2}{c^2}\right)\left(\frac{h_2^2}{a^2} + \frac{k_2^2}{b^2} + \frac{l_2^2}{c^2}\right)}}$
hexagonal	$l = 2n \wedge h + 2k = 3n$ oder $l \neq 2n \wedge h + 2k = 3n + 1$ oder $l \neq 2n \wedge h + 2k = 3n + 2$ oder $l = 2n \wedge h + 2k = 3n + 1$ oder $l = 2n \wedge h + 2k = 3n + 2$	$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3} \cdot \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$ $\cos \phi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + \frac{1}{2}(h_1 k_2 + h_2 k_1) + \frac{3}{4} \cdot \frac{a^2}{c^2} l_1 l_2}{\sqrt{A \cdot B}}$ <p style="text-align: center;">mit</p> $A = h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + \frac{3}{4} \cdot \frac{a^2}{c^2} l_1^2 \quad ,$ $B = h_2^2 + k_2^2 + h_2 k_2 + \frac{3}{4} \cdot \frac{a^2}{c^2} l_2^2$

**Tabelle 12: Präparationsvorschrift für Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie - Teil 1: Bulkpräparation**

Präparationsschritt		durchgeführt mit:	
1	Nasstrennen	Sruers Accutom 50	<i>Parameter</i> 0,01 mm/s, 4000 min <sup>-1</sup>
			<i>Verbrauchsmaterial</i> Struers Aluminiumoxidtrennscheibe 50A15
2	beidseitiges Nassschleifen	Manuell	<i>Parameter</i> ohne Druck, ohne Schleiftellerrotation, bis zu einer Scheibendicke von 85 ± 5 µm
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. P800 SiC-Schleifpapier 2. P1200 SiC-Schleifpapier
3	Polieren	Manuell	<i>Parameter</i> ohne Druck, ohne Poliertellerrotation
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. 6 µm polykristalliner ATM Diamantpaste auf Wasserbasis mit Struers DAC Poliertuch und DP-Lubricant Blue 2. 1 µm polykristalliner ATM Diamantpaste auf Wasserbasis mit Struers DAC Poliertuch und DP-Lubricant Blue
4	elektrolytisches Dünnen	Struers TenuPol-3	s. Tabelle 8c
5	Ionendünnung	GATAN PIPS™ Model 691	<i>Parameter</i> 0,3 sccm, 0,5 - 6 keV, ∠ 6°, 30 min.
			<i>Verbrauchsmaterial</i> Argon 6.0

- Nach Schritt 1. werden die Proben 45 - 60 Sekunden in Ethanol gereinigt und anschließend mit einem Haushaltsföhn im warmen Luftstrahl getrocknet
- Nach Schritt 2 und zwischen den folgenden Schritten werden die Proben durch Schwenken in Aceton und Ethanol gereinigt



**Tabelle 13: Präparationsvorschrift für Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie - Teil 2: Querschnittspräparation**

Präparationsschritt		durchgeführt mit:	
1	Nasstrennen	Sruers Accutom 50	<i>Parameter</i> 0,01 mm/s, 4000 min <sup>-1</sup>
			<i>Verbrauchsmaterial</i> Struers Trennscheibe 50A15
2	Verkleben der Bruchflächen	Manuell	<i>Parameter</i> 60 min. bei 170 °C aushärten, 24 h bei RT abkühlen
			<i>Verbrauchsmaterial</i> GATAN Epoxy-Kleber G2 (PartNo: 601.07270)
3	Nassschleifen	Manuell	<i>Parameter</i> beidseitig, ohne Druck, ohne Schleiftellerrotation, bis zu einer Scheibendicke von 0,8 mm
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. P800 SiC-Schleifpapier 2. P1200 SiC-Schleifpapier
4	Verkleben der Querschnittsprobe	Manuell	<i>Parameter</i> 60 min. bei 170 °C aushärten, 24 h bei RT abkühlen
			<i>Verbrauchsmaterial</i> GATAN Epoxy-Kleber G2 (PartNo: 601.07270) Mantelrohr: Messing, Ø 3,0 x 0,5 x 30,0 mm Spaltrohr: Messing, Ø 2,0 x Spalthöhe 0,8 x 30,0 mm
5	Nasstrennen	Sruers Accutom 50	<i>Parameter</i> 0,005 mm/s, 4000 min <sup>-1</sup>
			<i>Verbrauchsmaterial</i> Struers Trennscheibe 10A15
6	Nassschleifen	Manuell	<i>Parameter</i> beidseitig, ohne Druck, ohne Schleiftellerrotation, bis zu einer Scheibendicke von 85 ± 5 µm
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. P800 SiC-Schleifpapier 2. P1200 SiC-Schleifpapier
7	Dimplegründen	GATAN Dimple Grinder Model 656	<i>Parameter</i> 150 min <sup>-1</sup> , Gleichlauf, 20 N, 2 bis 5 min.
			<i>Verbrauchsmaterial</i> 1. 1 µm polykristalline Buehler MetaDi® Diamantpaste DP-Lubricant Blue 2. 0,05 µm Struers MasterPrep® Aluminiumoxid Poliermittel
8	Ionendünnung	GATAN PIPS™ Model 691	<i>Parameter</i> 0,3 sccm, 0,5 - 6 keV, ∠ 6°, 30 min.
			<i>Verbrauchsmaterial</i> Argon 6.0

- Nach Schritt 1. werden die Proben 45 - 60 Sekunden in Ethanol gereinigt und anschließend mit einem Haushaltsföhn im warmen Luftstrahl getrocknet
- Nach Schritt 2 und zwischen den folgenden Schritten werden die Proben durch Schwenken Ethanol gereinigt

**Tabelle 14: Mikrostrukturelle und mechanische Kennwerte der untersuchten Werkstoffe im lösungsgeglühten Ausgangszustand**

Werkstoff	Ni - Austenite		Mn – Austenite						
	Ni0.07	NiMo0.09	GCMn1.20	NMn0.71	NMn0.90	NMnMo0.85	CNMn0.85	CNMn0.96	CNMn1.07
$KG$ [ $\mu\text{m}$ ]	$62 \pm 43$	$45 \pm 36$	$460 \pm 363$	$68 \pm 46$	$37 \pm 32$	$137 \pm 91$	$68 \pm 47$	$60 \pm 35$	$133 \pm 84$
$H\ddot{a}rte$ [HV10]	$160 \pm 5$	$163 \pm 11$	$200 \pm 15$	$230 \pm 14$	$267 \pm 9$	$271 \pm 7$	$280 \pm 8$	$270 \pm 9$	$289 \pm 13$
$KAM\ 5^\circ\ 5R$ [ $^\circ$ ]	0,969	0,445	0,340	0,440	0,431	0,866	0,542	0,285	0,373
$\gamma_{SFE}$ [ $\text{mJ}/\text{m}^2$ ]	14-30	$\approx 25-35$	41-68	$\approx 20$	$\approx 35-45$	30-50	36-43	27-38	43-59
$\rho_{e_c}$ [ $10^{22}/\text{cm}^3$ ]	n.v.	n.v.	nicht messbar	$\approx 1.1$	$\approx 0.6$	$\approx 1.0$	2.8	2.9	2.0
$R_{p0.2}$ [MPa]	258	283	334	501	611	633	586	599	582
$R_m$ [MPa]	683	609	804	875	995	1022	1003	1028	1044
$R_B$ [MPa]	1932	2242	917	2299	2416	2453	2318	2520	2423
$R_{p0.2}/R_m$ [-]	0,378	0,464	0,415	0,573	0,614	0,619	0,584	0,583	0,557
$Z$ [%]	77	83	33	76	74	75	69	71	64
$A$ [%]	89	76	43	80	70	77	74	76	77
$A_g$ [%]	70	53	42	54	44	51	52	54	61
$E$ [GPa]	195	193	202	198	196	194	195	197	210
$W_s$ [ $\text{J}/\text{mm}^3$ ]	504	406	266	624	630	701	669	693	711
Parameter zur Darstellung der Verfestigungskurven entsprechend Soussan et al. [67]									
$K_I$ [MPa]	1841	1595	2152	2055	2226	2390	2271	2379	2448
$n_I$ [-]	0,738	0,647	0,625	0,495	0,430	0,490	0,460	0,488	0,509
$k_2$ [-]	5,480	5,510	5,660	5,970	6,070	6,210	6,070	6,140	6,125
$e^{k_2}$ [-]	240	247	287	392	433	498	433	464	457
$n_2$ [-]	-6,5	-5,5	-15,5	-15,2	-18,9	-16,5	-19,0	-17,0	-18,9

$KG$  - Korngröße,  $KAM\ 5^\circ\ 5R$  - lokale Missorientierung,  $R_{p0.2}$  - Streckgrenze,  $R_m$  - Zugfestigkeit,  $R_B$  - wahre Bruchspannung,  $Z$  - Brucheinschnürung,  $A$  - Bruchdehnung,  $A_g$  - Gleichmaßdehnung,  $E$  - Elastizitätsmodul,  $W_s$  - spezifische Bruchenergie,  $K_I$  - quasistatischer Verfestigungskoeffizient 1. Ordnung,  $n_I$  - quasistatischer Verfestigungsexponent 1. Ordnung,  $k_2$  - quasistatischer Verfestigungskoeffizient 2. Ordnung,  $n_2$  - quasistatischer Verfestigungsexponent 2. Ordnung,  $\gamma_{SFE}$  - Stapelfehlerenergie\*,  $\rho_{e_c}$  - Dichte der freien Elektronen\*\*

\* $\gamma_{SFE}$  entnommen oder berechnet nach [114, 149, 150], berechnete Werte sind mit  $\approx$  gekennzeichnet; \*\*Werte für  $\rho_{e_c}$  des CNMn0.85, CNMn0.96 und CNMn1.07 entnommen aus [114]; Werte für  $\rho_{e_c}$  des NMn0.71, NMn0.90 und NMnMo0.85 sind abgeschätzt nach [10, 114] und mit  $\approx$  gekennzeichnet

**Tabelle 15: Zyklisch-mechanische Kennwerte der Werkstoffe im lösungsgeglühten Ausgangszustand ermittelt in totaldehnungskontrollierten Versuchen**

	Ni - Austenite		Mn - Austenite						
Werkstoff	Ni0.07	NiMo0.09	GCMn1.20	NMn0.71	NMn0.90	NMnMo0.85	CNMn0.85	CNMn0.96	CNMn1.07
$\sigma_D$ [MPa]	190	173	220	290	389	347	320	390	313
$\sigma_D/R_{p0.2}$ [-]	0,74	0,61	0,66	0,58	0,64	0,55	0,55	0,65	0,54
$\varepsilon_{a,t}(\sigma_D)$ [%]	0,11	0,10	0,12	0,15	0,20	0,18	0,17	0,20	0,16
$N_U$ [-]	76475	111936	3294	49207	13257	29610	20598	21212	24687
Modellparameter der <i>Morrow</i> Analyse entsprechend [27]									
$\sigma'_f$ [MPa]	1100	1050	1150	1026	1035	1210	1130	1125	1120
$b$ [-]	-0,100	-0,110	-0,100	-0,086	-0,082	-0,089	-0,087	-0,088	-0,090
$\varepsilon'_f$ [-]	0,074	0,248	0,051	3,352	3,507	4,605	3,912	3,507	2,813
$c$ [-]	-0,315	-0,420	-0,350	-0,649	-0,720	-0,730	-0,700	-0,690	-0,670
$\varepsilon_{a,el}(N_B=0,5)$ [-]	$5,66 \cdot 10^3$	$5,45 \cdot 10^3$	$5,69 \cdot 10^3$	$5,18 \cdot 10^3$	$5,28 \cdot 10^3$	$6,22 \cdot 10^3$	$5,80 \cdot 10^3$	$5,72 \cdot 10^3$	$5,33 \cdot 10^3$
Modellparameter der <i>Ramberg-Osgood</i> Analyse entsprechend [31]									
$K'$ [MPa]	2518	1512	2687	874	897	1004	954	959	975
$n'$ [-]	0,317	0,262	0,286	0,133	0,114	0,122	0,124	0,128	0,134

$\sigma_D$  - Dauerfestigkeit,  $\varepsilon_{a,t}(\sigma_D)$  - Totaldehnungsamplitude bei Dauerfestigkeit,  $\sigma'_f$  - zyklischer Schwingfestigkeitskoeffizient bzw. *Basquin*-Koeffizient,  $b$  - zyklischer Schwingfestigkeitsexponent bzw. *Basquin*-Exponent,  $\varepsilon'_f$  - zyklischer Duktilitätskoeffizient bzw. *Manson-Coffin*-Koeffizient,  $c$  - zyklischer Duktilitätsexponent bzw. *Manson-Coffin*-Exponent,  $K'$  - zyklischer Verfestigungskoeffizient,  $n'$  - zyklischer Verfestigungsexponent

**Tabelle 16: Zyklisch-mechanische Kennwerte der Werkstoffe im lösungsgeglühten Ausgangszustand ermittelt in Bruchzähigkeitsmessungen und Messungen des stabilen Rissfortschrittes**

	Ni - Austenite		Mn - Austenite						
Werkstoff	Ni0.07	NiMo0.09	GCMn1.20	NMn0.71	NMn0.90	NMnMo0.85	CNMn0.85	CNMn0.96	CNMn1.07
$K_Q$ [MPa $\sqrt{m}$ ]	64	61	58	84	134	142	96	78	96
$\Delta K_Q$ [MPa $\sqrt{m}$ ]	57,6	54,9	52,2	75,6	121	127,8	86,4	70,2	86,4
Schwellwertbereich der zyklischen Spannungsintensität entsprechend Gleichung ( 18 ) nach <i>Schwalbe</i> [42]									
$\Delta K_{th,min}$ [MPa $\sqrt{m}$ ]	3,8	3,7	3,9	3,8	3,8	3,8	3,8	3,8	4,1
$\Delta K_{th,max}$ [MPa $\sqrt{m}$ ]	6,6	6,5	6,8	6,7	6,6	6,6	6,6	6,7	7,1
Modellparameter der <i>Paris-Erdogan</i> Analyse entsprechend [47]									
$C$ [m/SSP*]	$1,43 \cdot 10^{-16}$	$2,73 \cdot 10^{-14}$	$5,69 \cdot 10^{-19}$	$3,83 \cdot 10^{-14}$	$3,18 \cdot 10^{-14}$	$5,63 \cdot 10^{-14}$	$7,48 \cdot 10^{-14}$	$1,65 \cdot 10^{-14}$	$2,77 \cdot 10^{-14}$
$m$ [-]	5,96	4,27	7,58	3,49	3,64	3,43	3,34	3,83	3,52

$K_Q$  - vorläufige Bruchzähigkeit,  $\Delta K_Q$  - vorläufige zyklische Bruchzähigkeit bei  $R=\sigma_u/\sigma_o=0.1$ ,  $C$  - *Paris-Erdogan*-Koeffizient,  $m$  - *Paris-Erdogan*-Exponent

\*SSP = Schwingspiel

## 7 Abbildungen

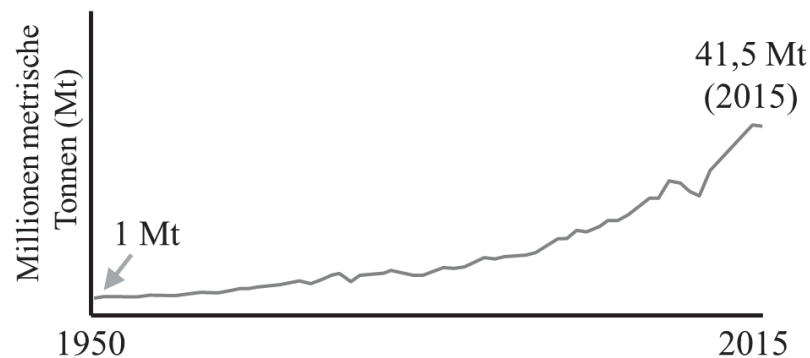
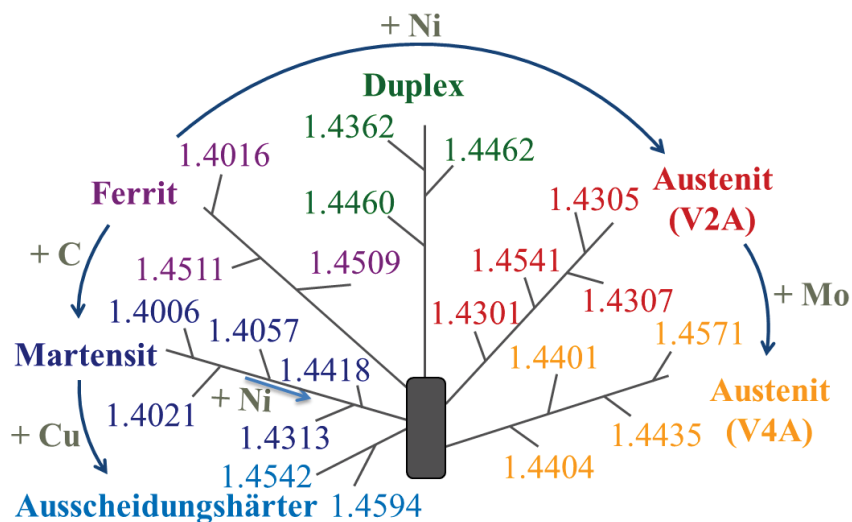
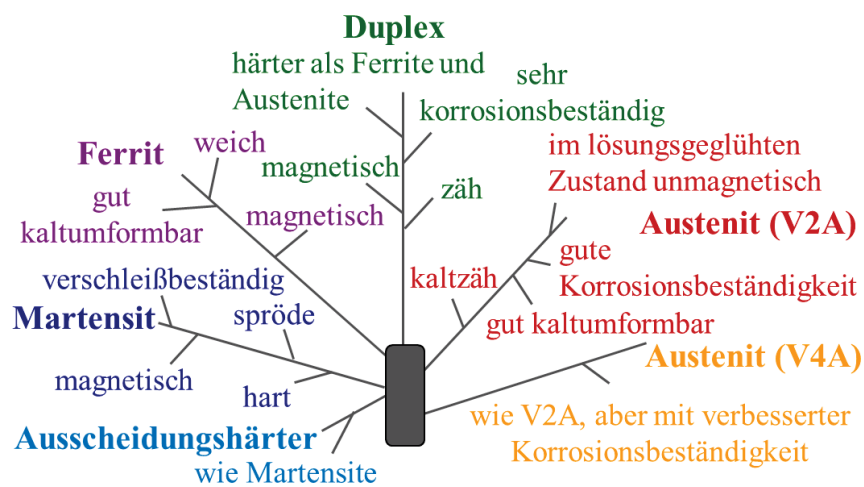


Abbildung 1: Weltweite jährliche Produktionsmenge rostfreien Stahls von 1950 bis 2015 [2]



a) Beispiele von Güten in Abhängigkeit vom zulegierten Element



b) Eigenschaften der Gütegruppen

Abbildung 2: Stammbaum\* der rostfreien Stähle

\*auszugsweise Zusammenstellung aus Werkstoffstammbäumen der Deutschen Edelstahlwerke (DEW) [151]

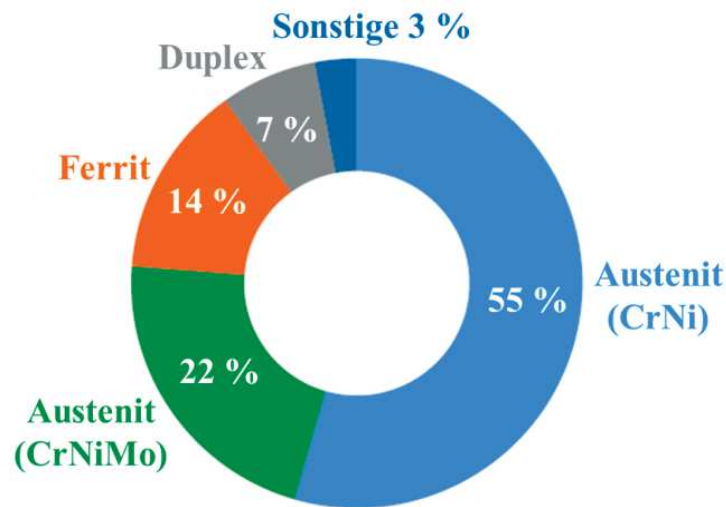


Abbildung 3: Aufteilung der Outokumpu Oyj Lieferungen des Jahres 2015 in Produktgruppenanteile [3]

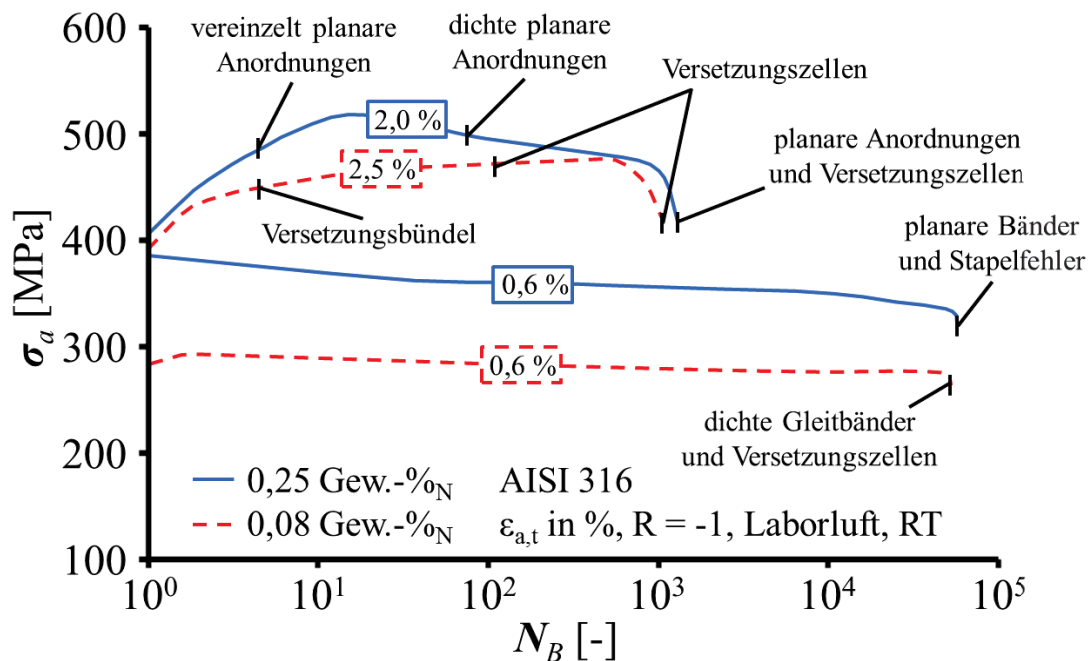


Abbildung 4: Vergleich der Spannungsamplituden- und Mikrostrukturentwicklung bei vergleichbaren Totaldehnungsamplituden für einen Stahl vom Typ AISI 316 mit unterschiedlichen Stickstoffgehalten nach *Degallaix et al.* [17] entnommen aus [5]



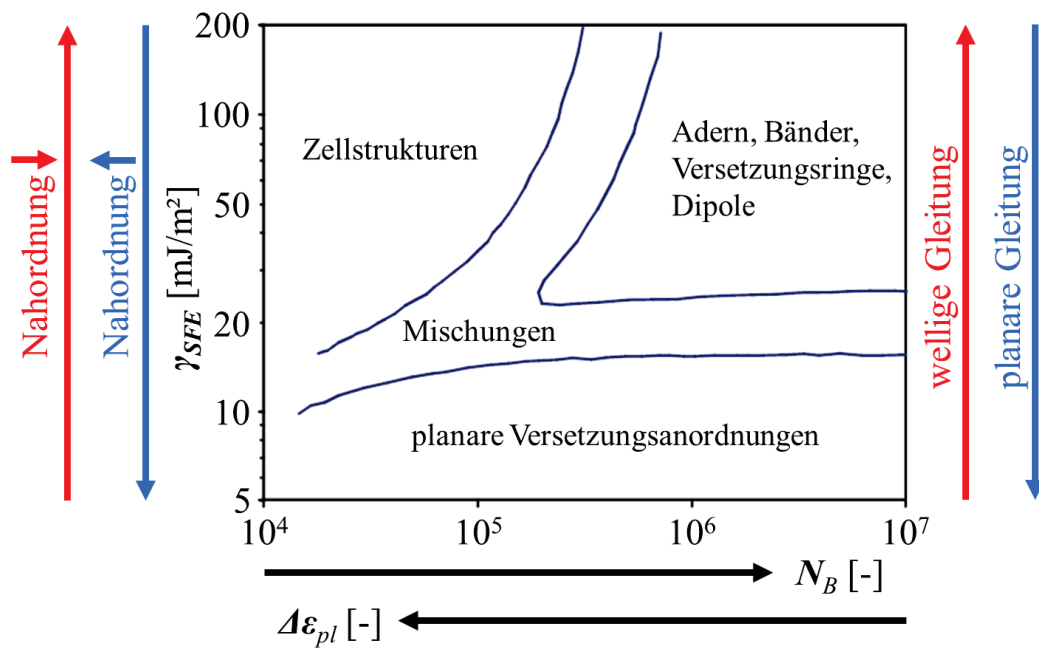


Abbildung 5: Versetzungsstrukturen in Abhängigkeit von der Bruchlastspielzahl, plastischen Belastung, und Stapelfehlerenergie nach [34] sowie Nahordnung ergänzt nach [33]

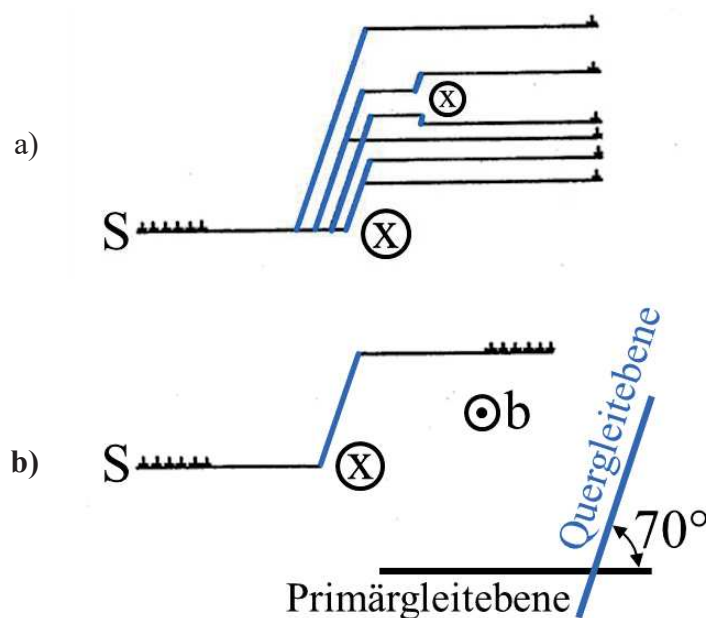


Abbildung 6: Schema des Quergleitens einer von der Quelle S emittierten Versetzungsgruppe an einem Hindernis X bei a) welligem und b) planarem Gleitverhalten der Versetzungen nach [36]

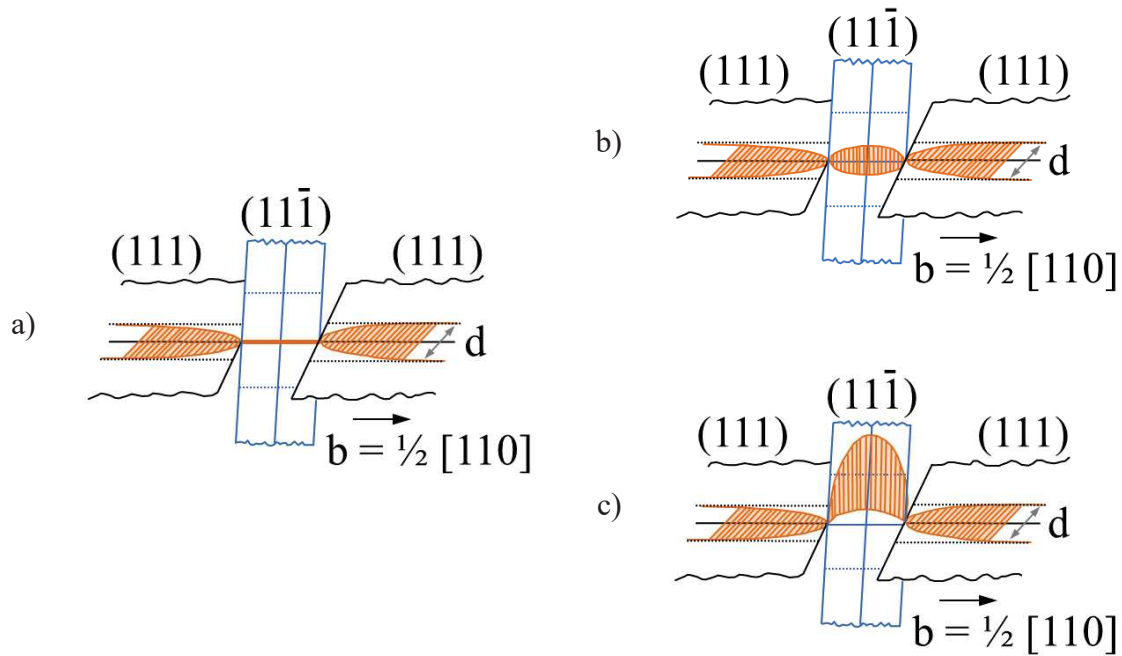


Abbildung 7: Schema der Quergleitung bei Versetzungsaufspaltung nach [39]

- a) Rekombination der Partialversetzungen zur vollständigen Versetzung
- b) Aufspaltung der vollständigen Versetzung in der Quergleitebene
- c) Bewegung der Partialversetzungen in der Quergleitebene aufgrund einer Schubspannung

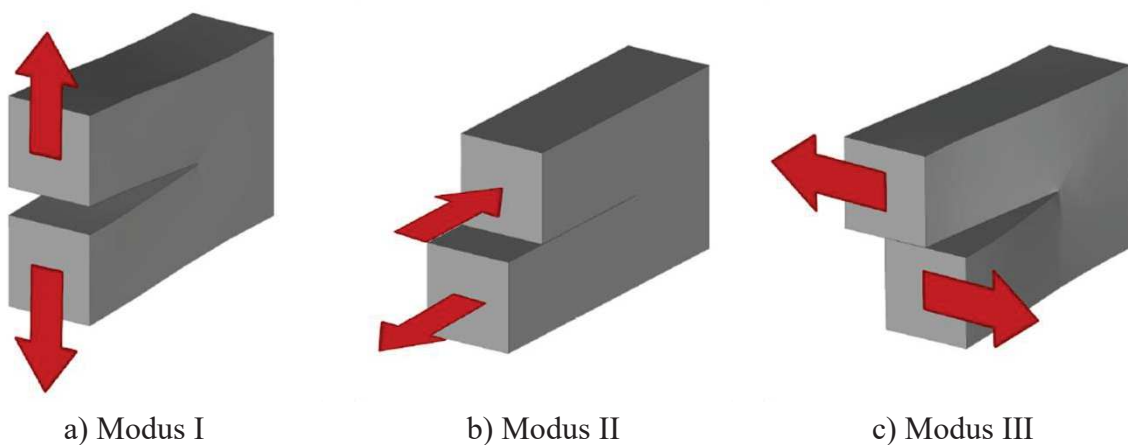


Abbildung 8: Schematische Darstellung der drei fundamentalen Rissöffnungsarten

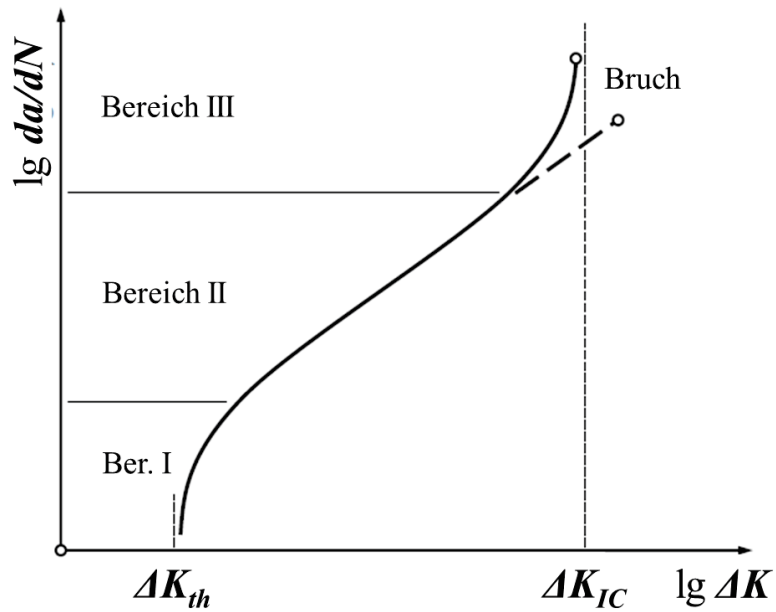


Abbildung 9: Schematische Darstellung einer doppellogarithmischen  $da/dN - \Delta K$ -Kurve (auch Rissausbreitungskurve) nach Schwalbe [42]

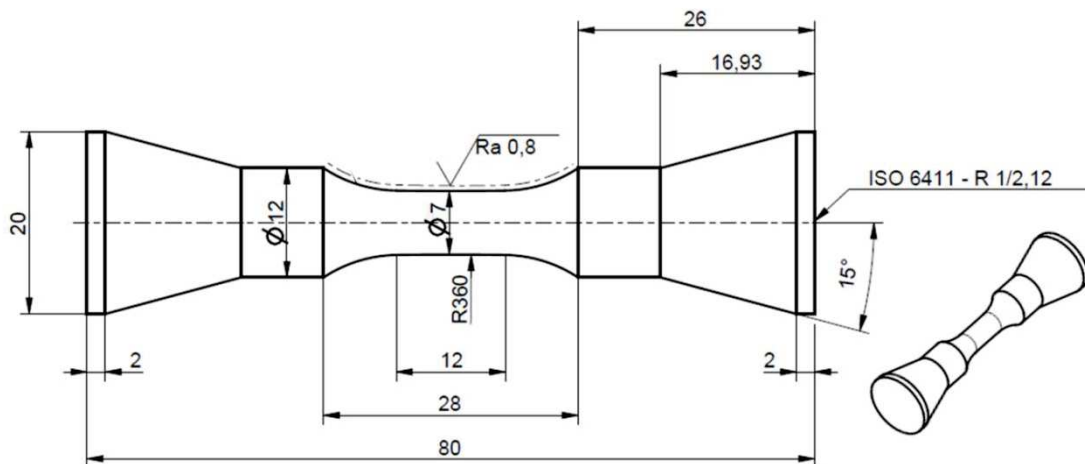
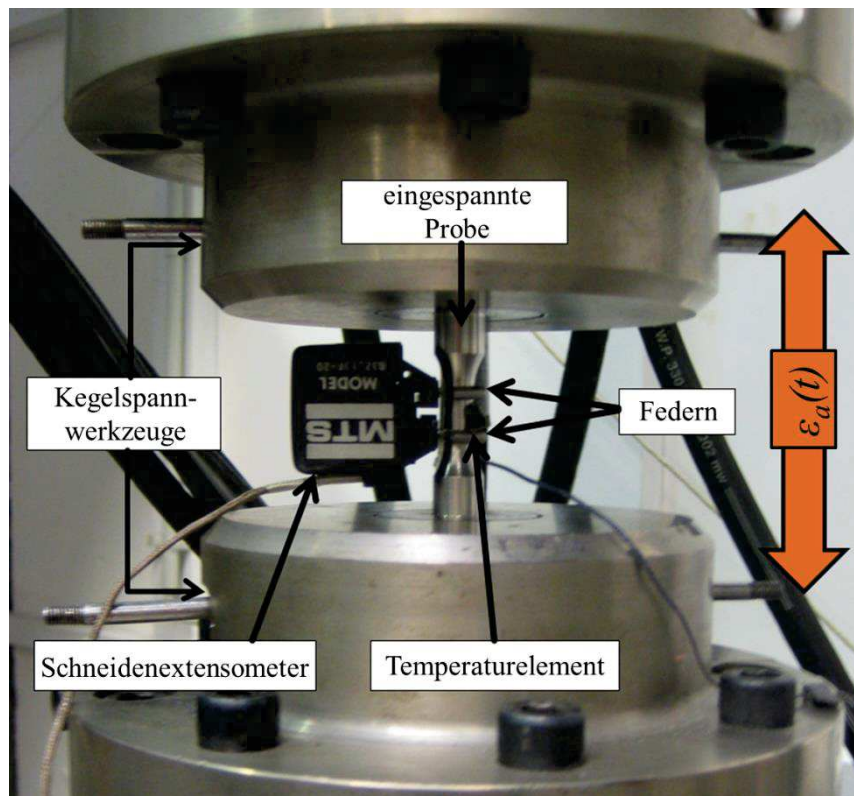
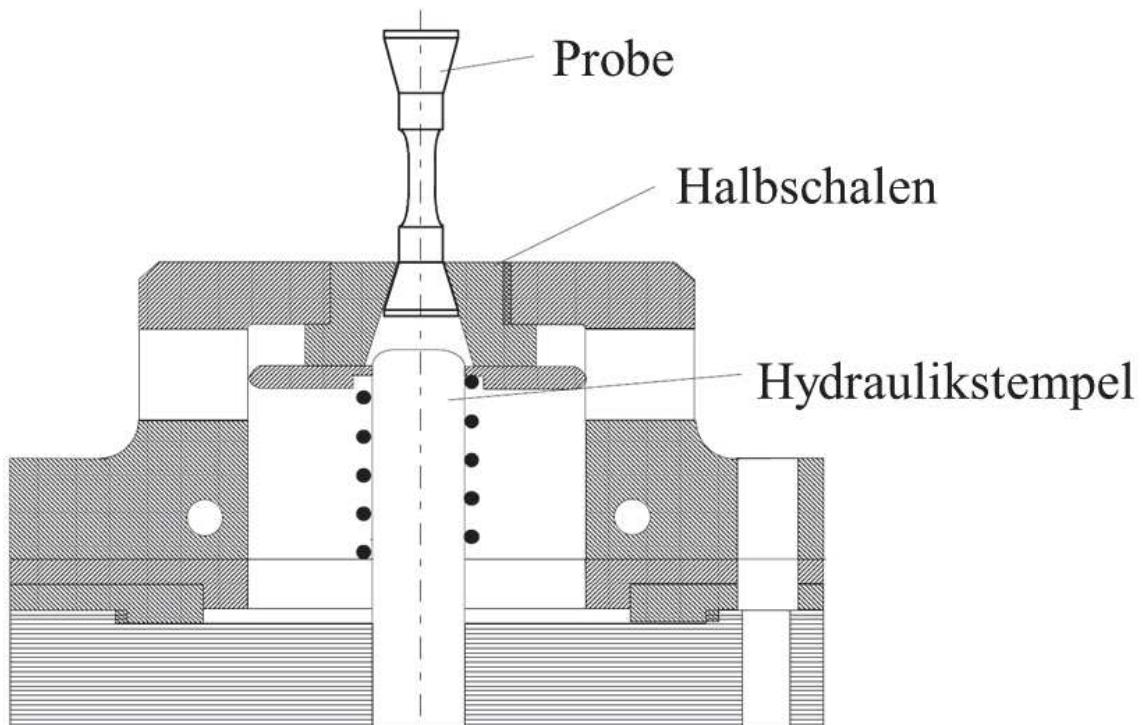


Abbildung 10: Geometrie der für axiale quasistatische und zyklische Beanspruchung verwendeten Proben (Kegelkopfprobe)





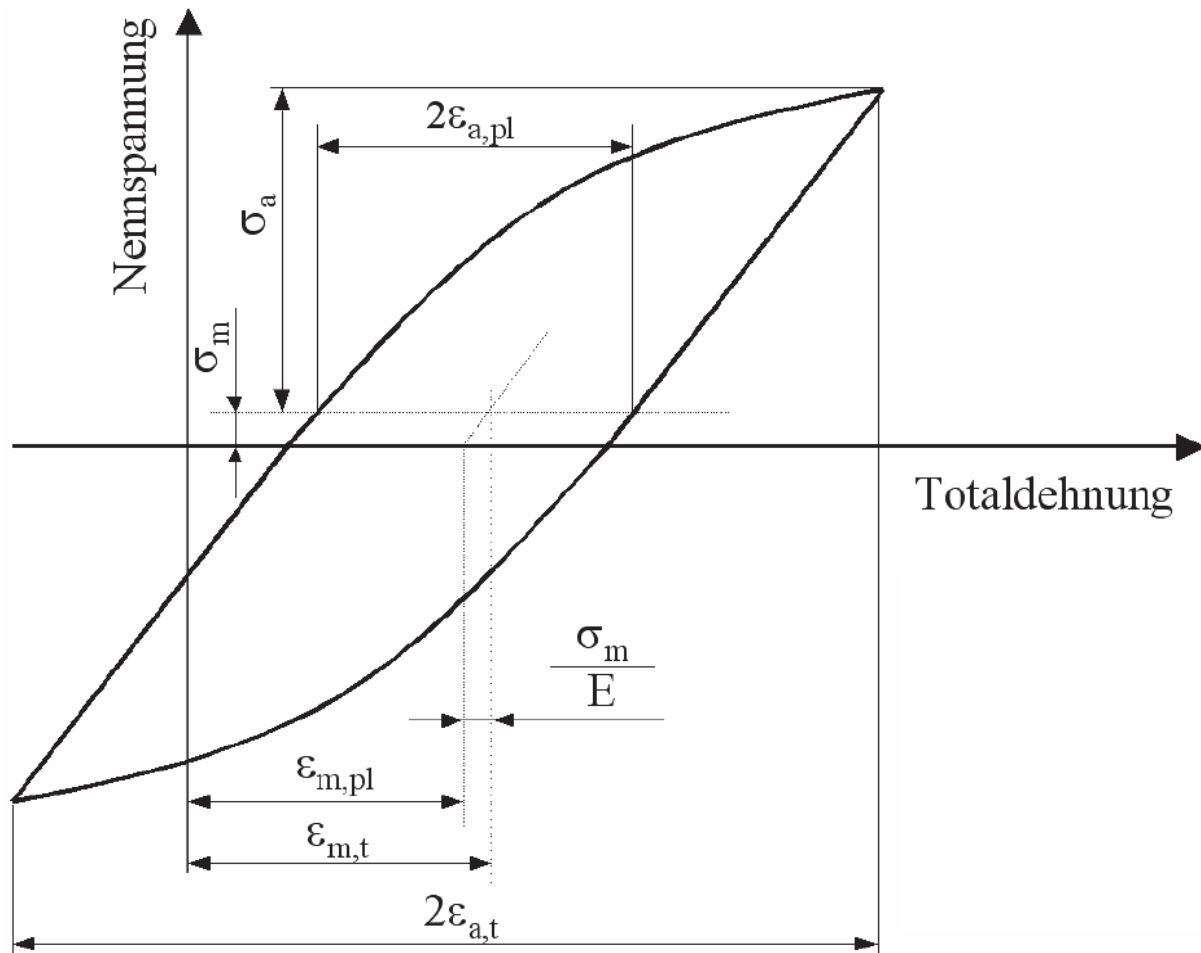
a) Versuchsaufbau zur Durchführung uniaxialer, totaldehnungskontrollierter Zug-Druck Versuche



b) schematische Darstellung der Einspannung im Schnitt nach [40]

**Abbildung 12: Ermüdungsprüfstand**





1.  $E$  - Elastizitätsmodul:

$$E = \frac{(E_{Druck} + E_{Zug})}{2}; \text{ mit}$$

$$E_{Druck} = \frac{-\sigma_{min}}{(\varepsilon_{min}(\sigma = 0) - \varepsilon_{min})}$$

$$E_{Zug} = \frac{\sigma_{max}}{(\varepsilon_{max} - \varepsilon_{max}(\sigma = \sigma_m))}$$

2.  $\varepsilon_{a,t}$  - gesamte bzw. Totaldehnungsamplitude:

$$\varepsilon_{a,t} = \frac{(\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min})}{2}$$

3.  $\varepsilon_{a,pl}$  - plastische bzw. inelastische Dehnungsamplitude:

$$\varepsilon_{a,pl} = \frac{(\varepsilon_{max}(\sigma_m) - \varepsilon_{min}(\sigma_m))}{2}$$

4.  $\varepsilon_{a,el}$  - elastische Dehnungsamplitude:

$$\varepsilon_{a,el} = \varepsilon_{a,t} - \varepsilon_{a,pl}$$

5.  $\varepsilon_{m,t}$  - gesamte Mitteldehnung:

$$\varepsilon_{m,t} = \frac{(\varepsilon_{max} + \varepsilon_{min})}{2}$$

6.  $\varepsilon_{m,pl}$  - plastische Mitteldehnung:

$$\varepsilon_{m,pl} = \varepsilon_{m,t} - \sigma_m/E$$

7.  $\sigma_a$  - Spannungsamplitude:

$$\sigma_a = \frac{(\sigma_{max} - \sigma_{min})}{2}$$

8.  $\sigma_m$  - Mittelspannung

$$\sigma_m = \frac{(\sigma_{max} + \sigma_{min})}{2}$$

**Abbildung 13: Hystereseschleife mit charakteristischen Kenngrößen**

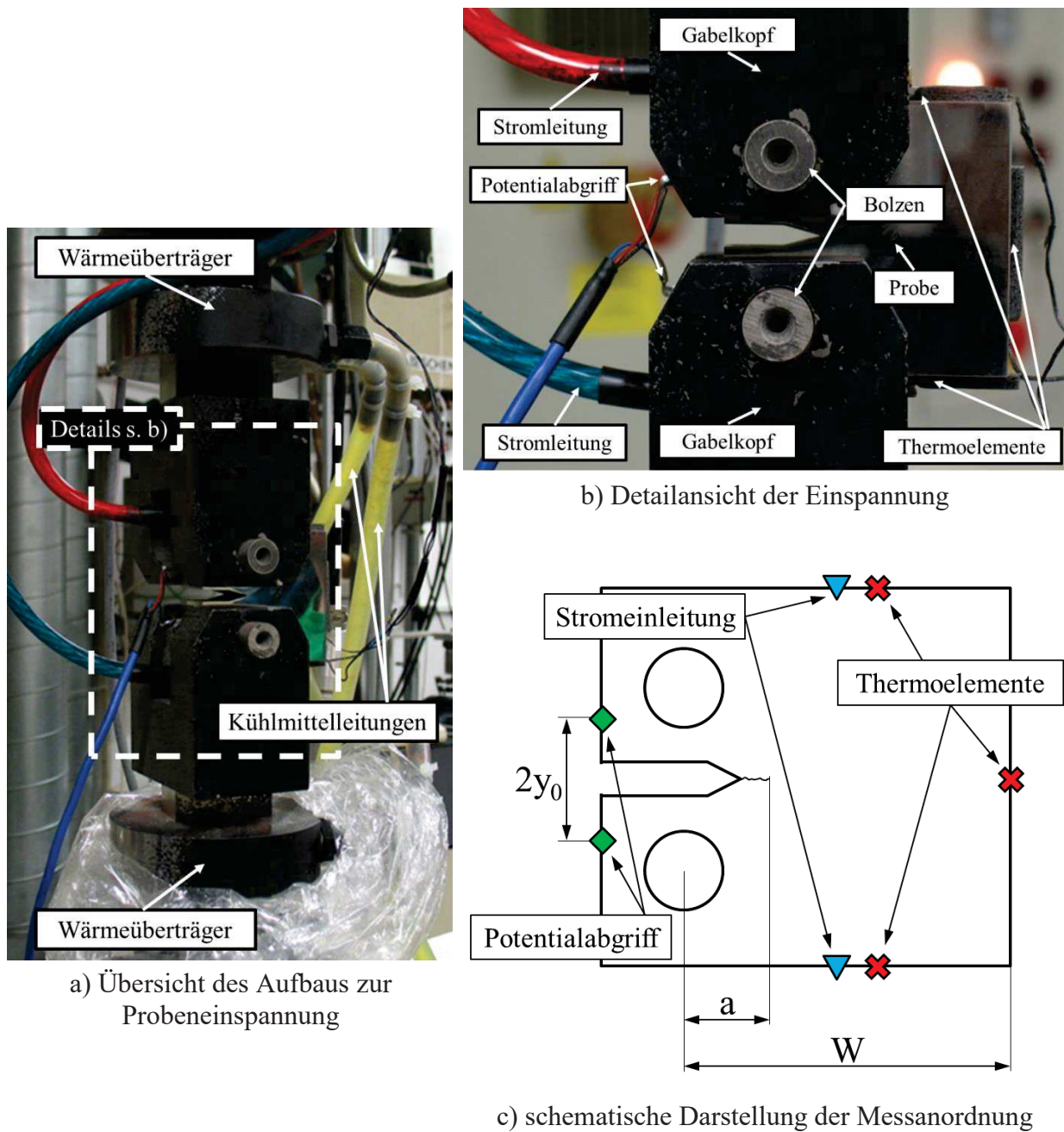
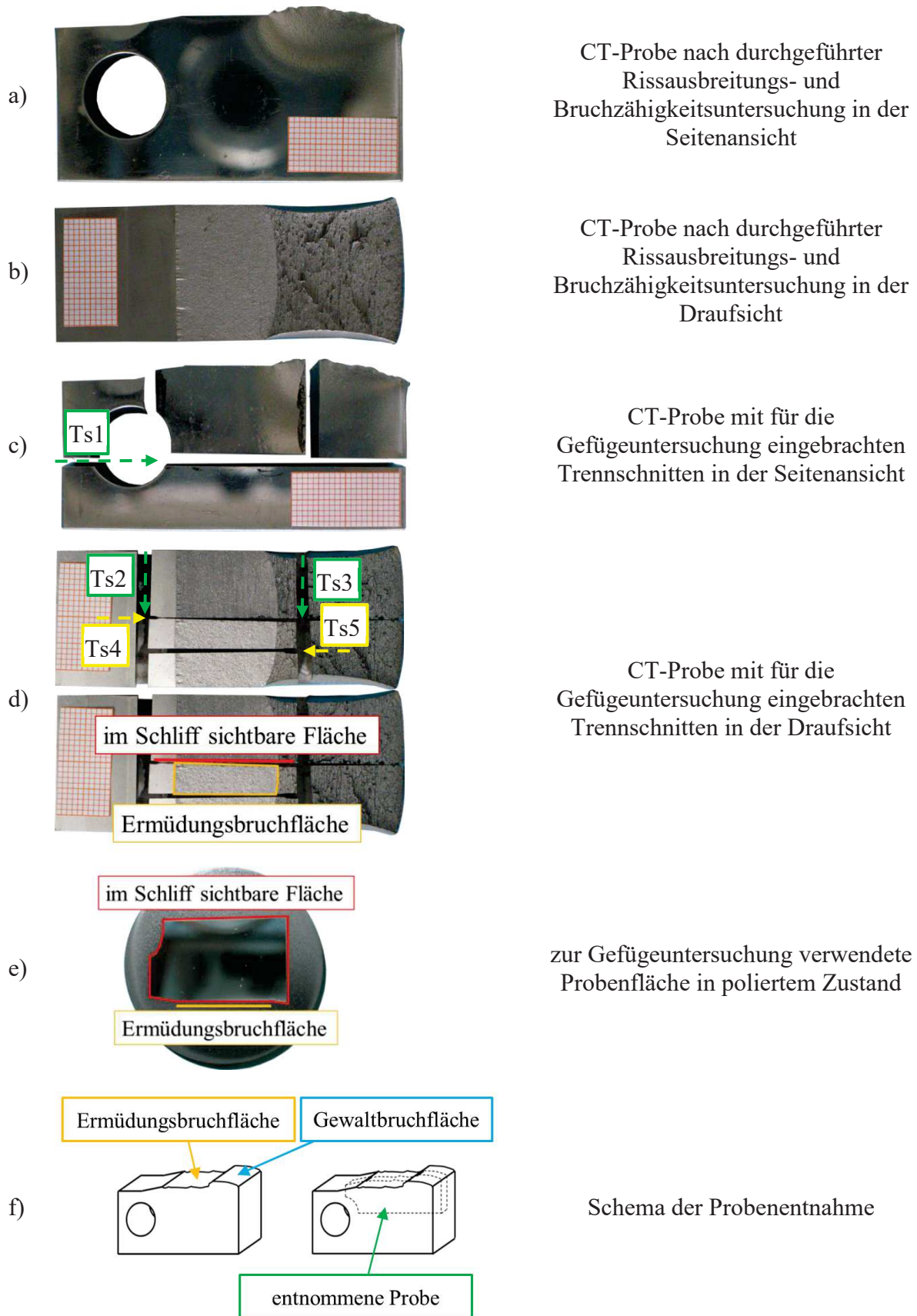


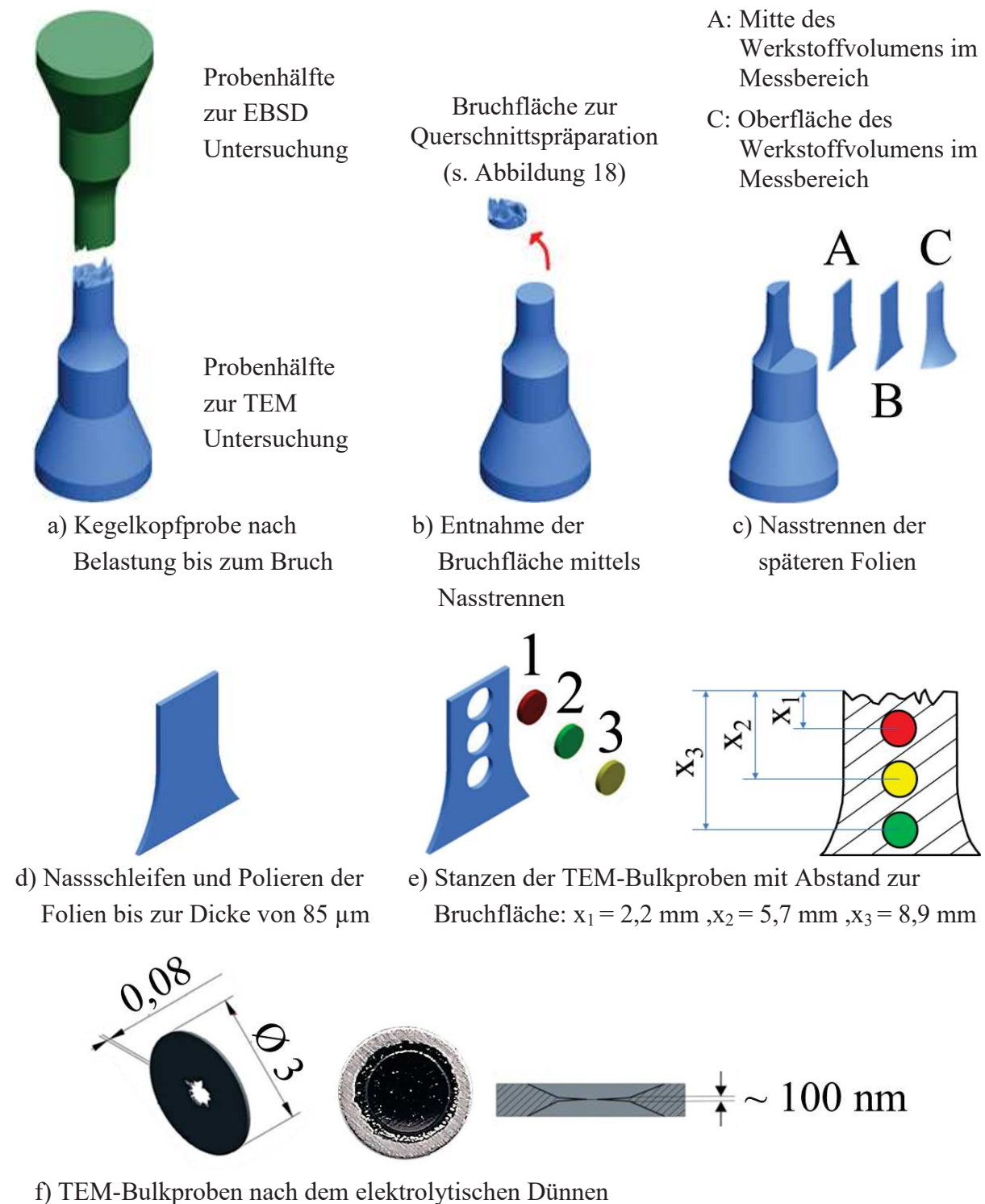
Abbildung 14: Rissausbreitungsprüfstand



**Abbildung 15: Kegelkopfprobe nach den für Lichtmikroskopie und Rückstreuungselektronenbeugung wesentlichen Präparationsschritten**

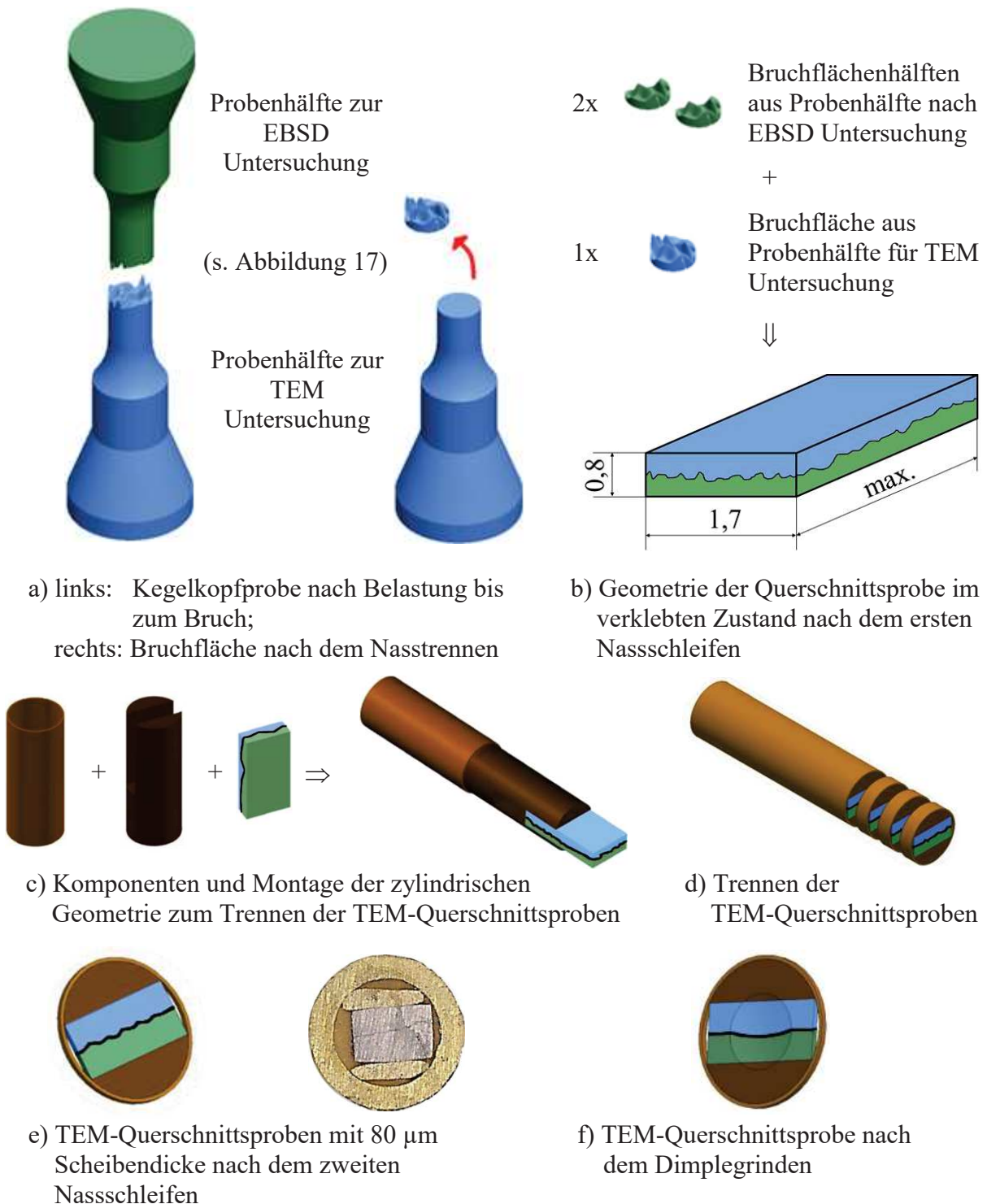


**Abbildung 16: CT-Probe nach den für Gefügeuntersuchungen wesentlichen Präparationsschritten**

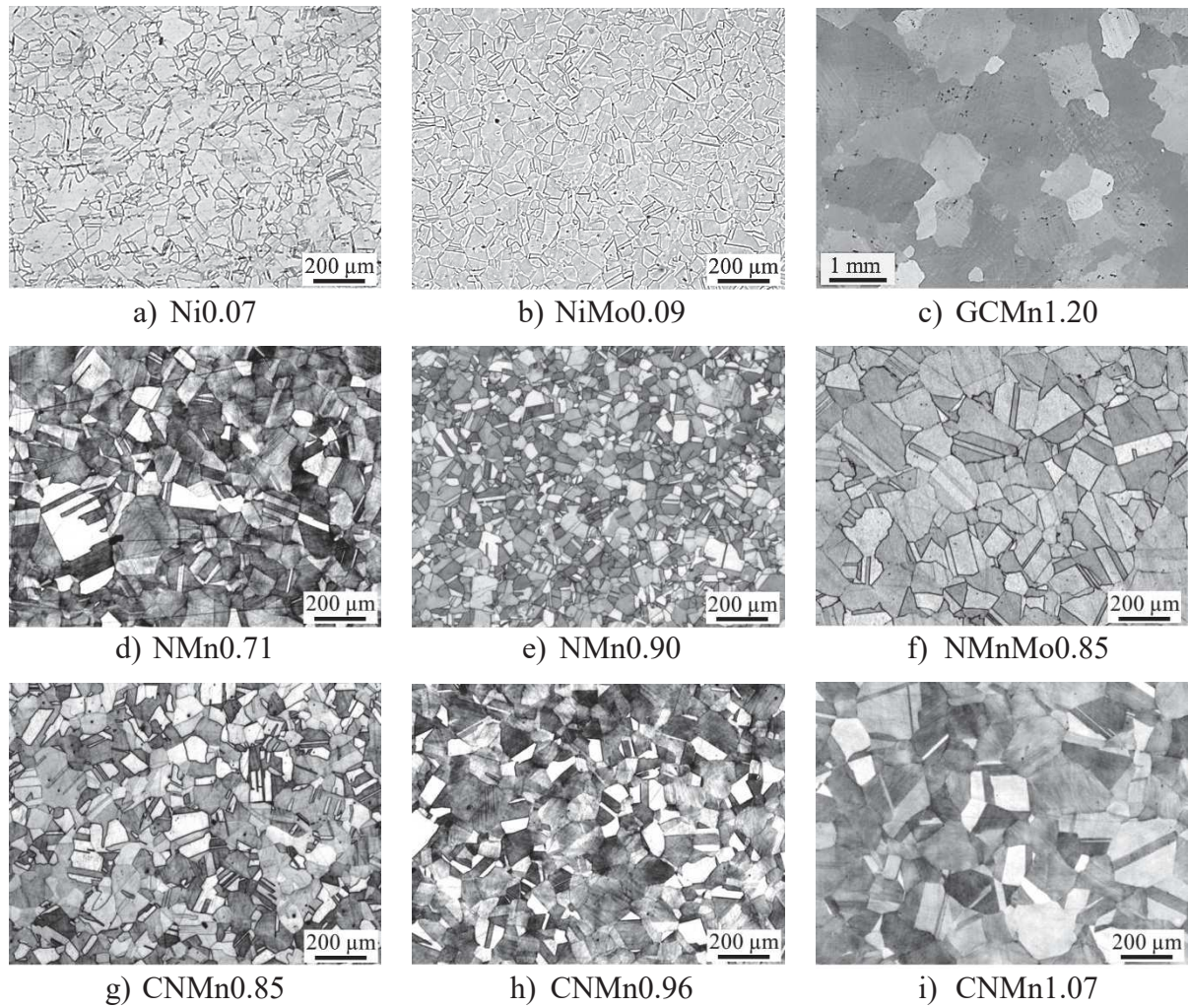


**Abbildung 17: Schema der Präparation für Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie - Teil 1: Bulkpräparation**

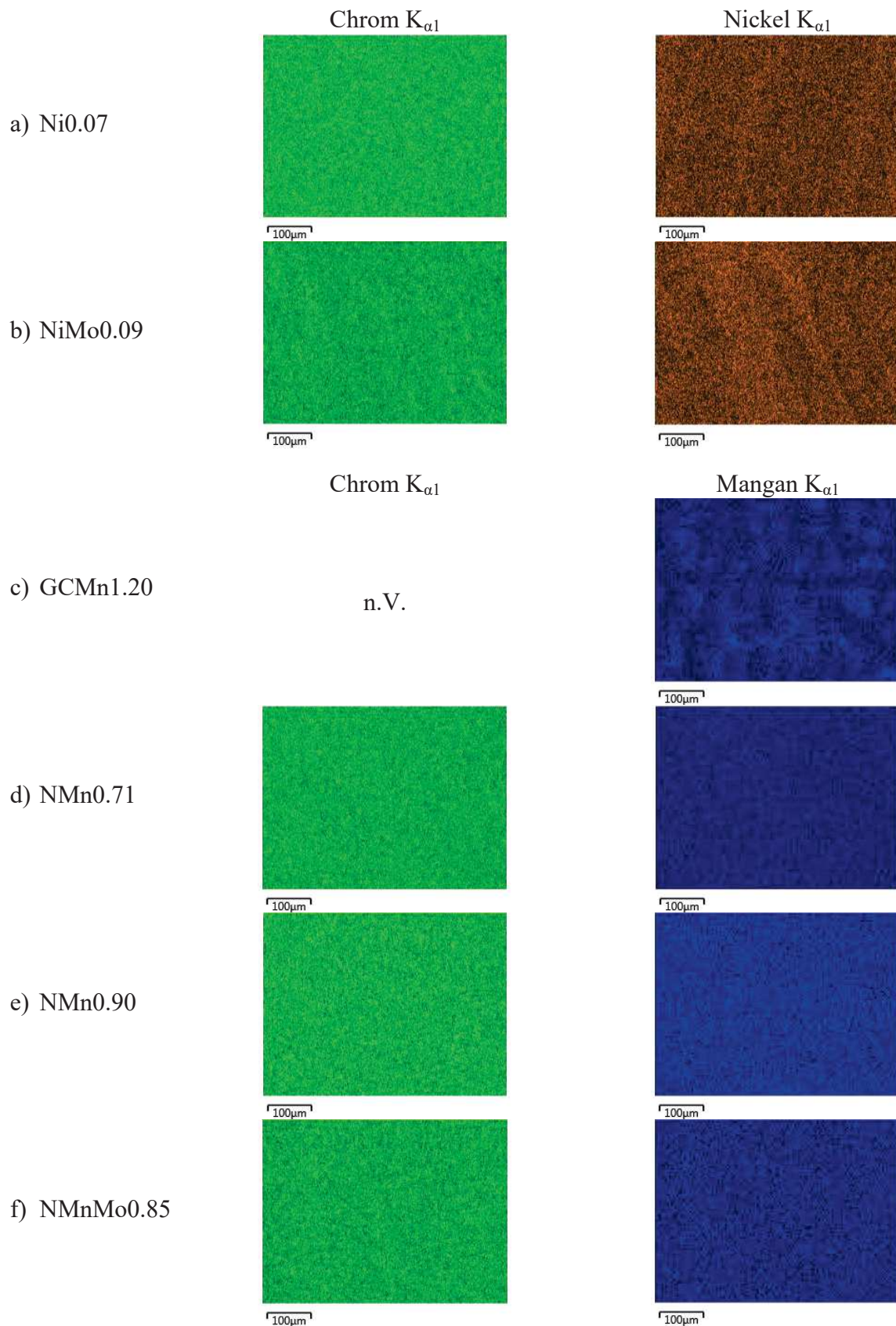




**Abbildung 18: Schema der Präparation für Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie - Teil 2: Querschnittspräparation**

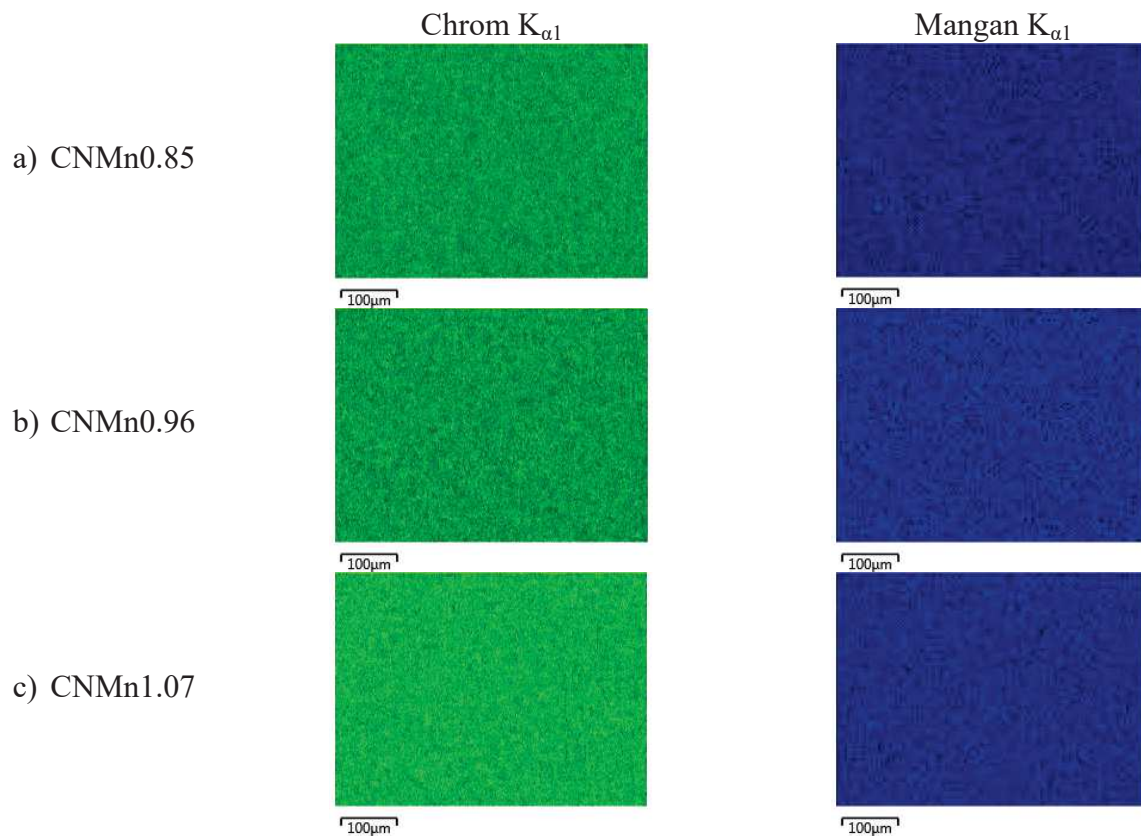


**Abbildung 19: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Gefüge im lösungsgeglühten Ausgangszustand**

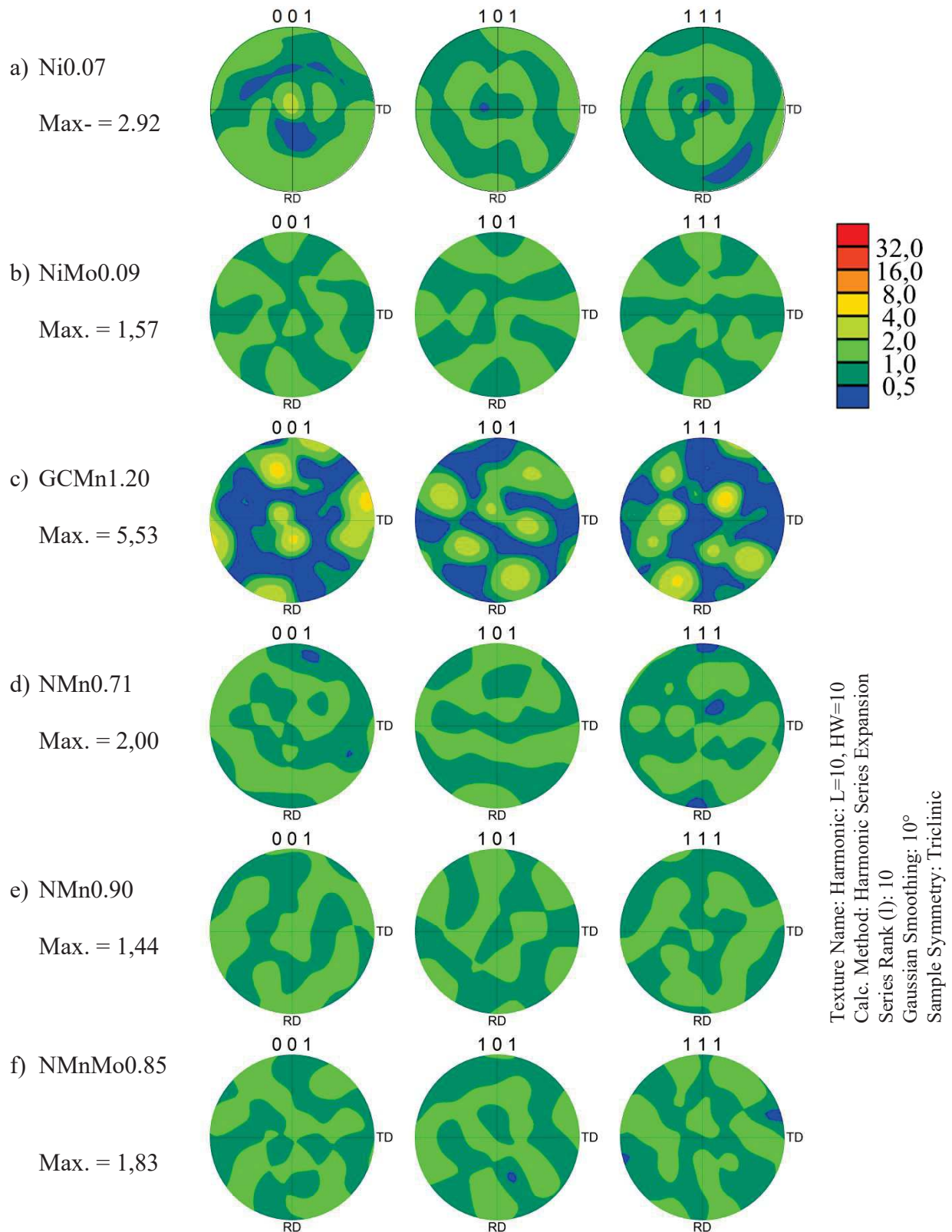


**Abbildung 20: EDS Mappings der untersuchten Werkstoffe im lösungsgeglühten Ausgangszustand - Teil 1: konventionelle austenitische Stähle, Hadfield Stahl, hochstickstofflegierte austenitische Stähle (AHNS bzw. CrMn(Mo)N-Stähle)**

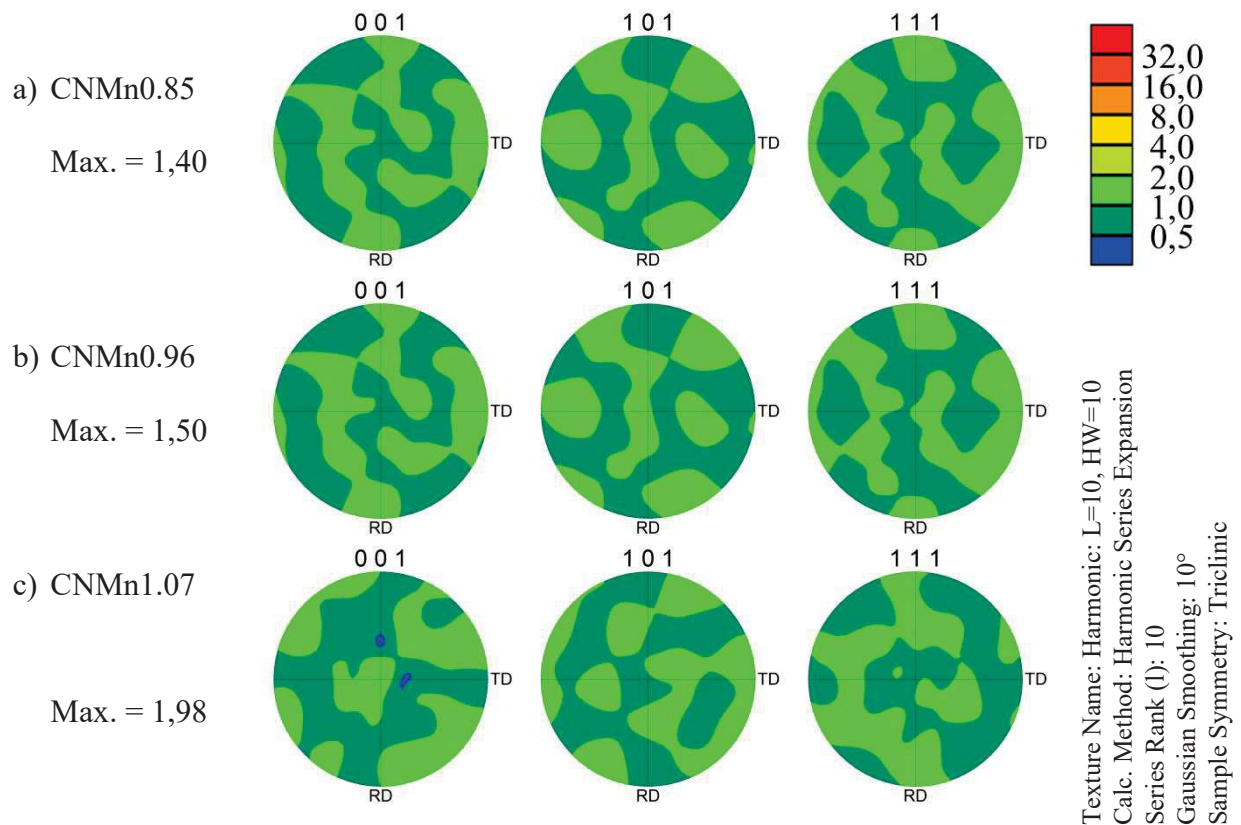




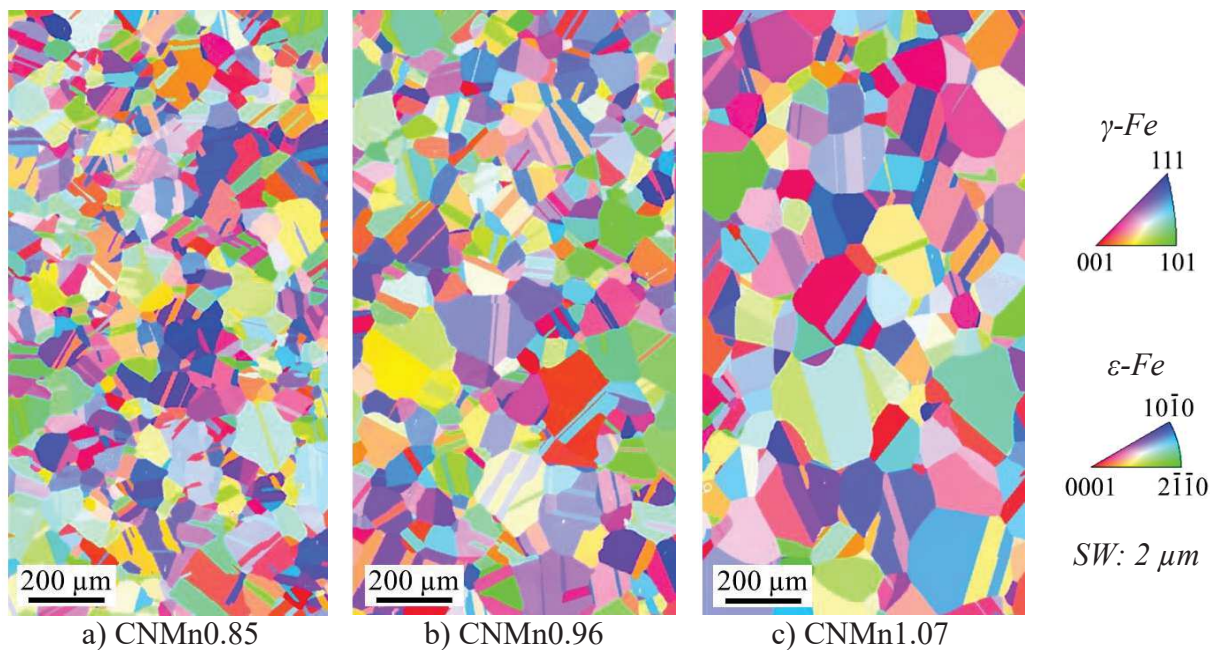
**Abbildung 21: EDS Mappings der untersuchten Werkstoffe im lösungsgeglühten Ausgangszustand - Teil 2: hochinterstitielllegierte austenitische Stähle (AHIS bzw. CarNit-Stähle)**



**Abbildung 22: Polfiguren der untersuchten Werkstoffe im lösungsgeglühten Ausgangszustand mit Angabe der gemessenen Intensitätsmaxima - Teil 1: konventionelle austenitische Stähle, Hadfield Stahl, hochstickstofflegierte austenitische Stähle (AHNS bzw. CrMn(Mo)N-Stähle)**

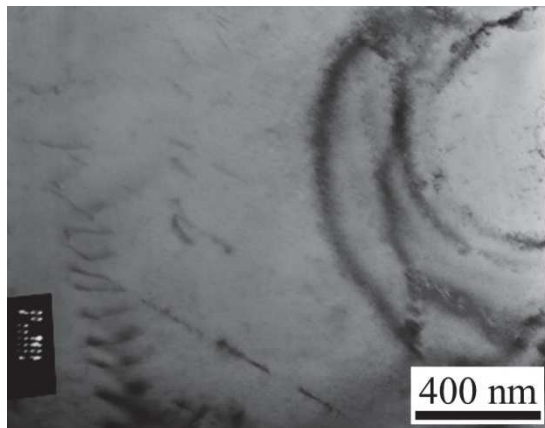


**Abbildung 23: Polfiguren der untersuchten Werkstoffe im lösungsgeglühten Ausgangszustand mit Angabe der gemessenen Intensitätsmaxima - Teil 2: hochinterstitielllegierte austenitische Stähle (AHIS bzw. CarNit-Stähle)**

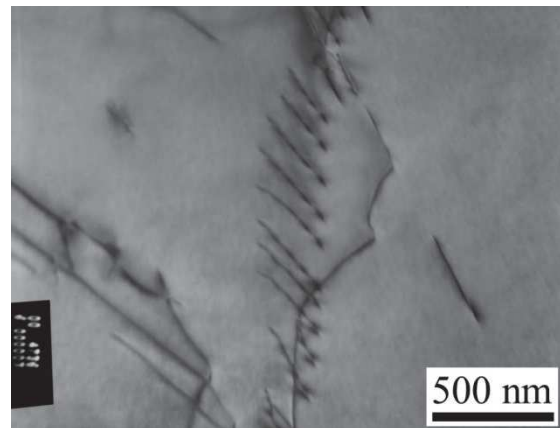


**Abbildung 24: IPF || RD – Mappings der CarNit-Stähle im lösungsgeglühten Ausgangszustand**

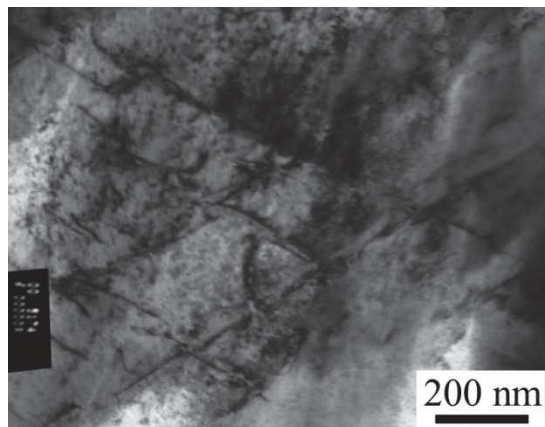




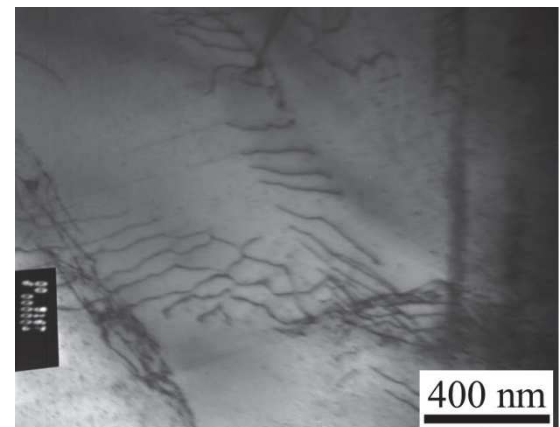
a) NMn0.71



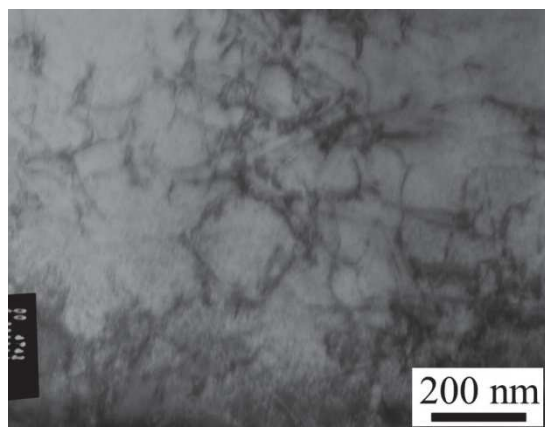
b) CNMn0.85



c) CNMn0.96



d) CNMn1.07



e) GCMn1.20

**Abbildung 25: TEM Gefügebilder ausgewählter lösungsgeglühter Zustände**

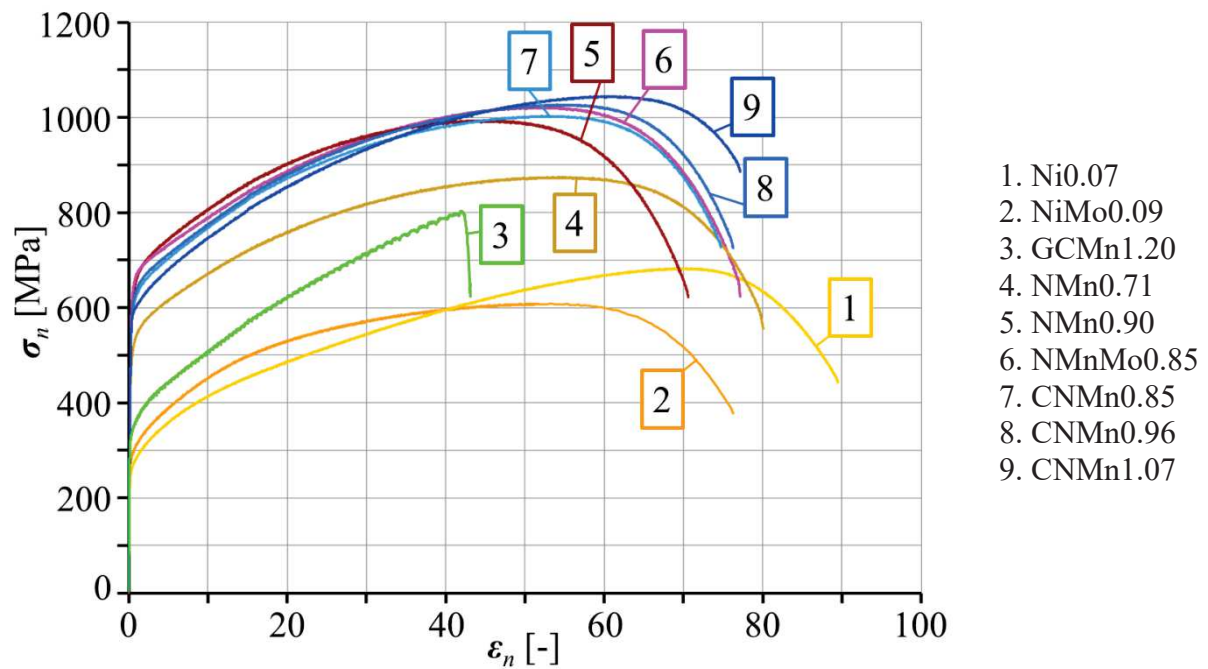


Abbildung 26: Vergleich der technischen Spannung-Dehnung-Diagramme der untersuchten Werkstoffe

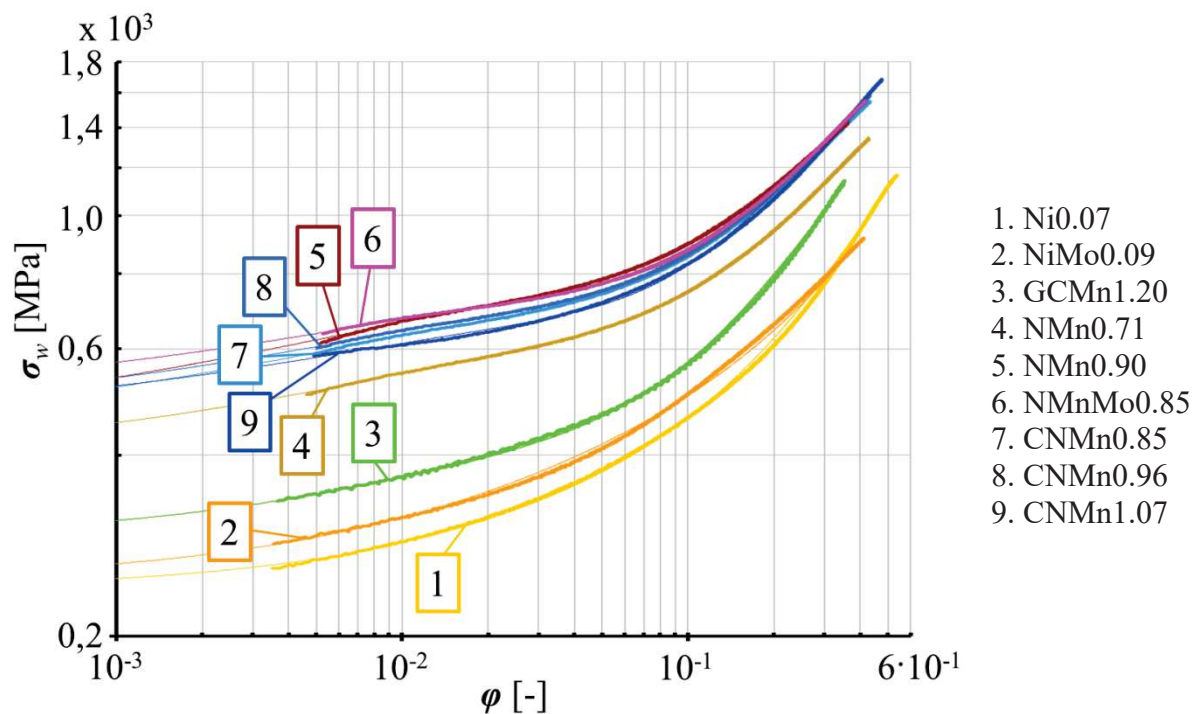


Abbildung 27: Vergleich der wahren Spannung-Dehnung-Diagramme der untersuchten Werkstoffe ab der wahren Dehnung  $\varphi(R_{p0.2})$  bis zur Gleichmaßdehnung  $A_g$  sowie die angepassten Fitfunktionen nach *Soussan et al.* [67]

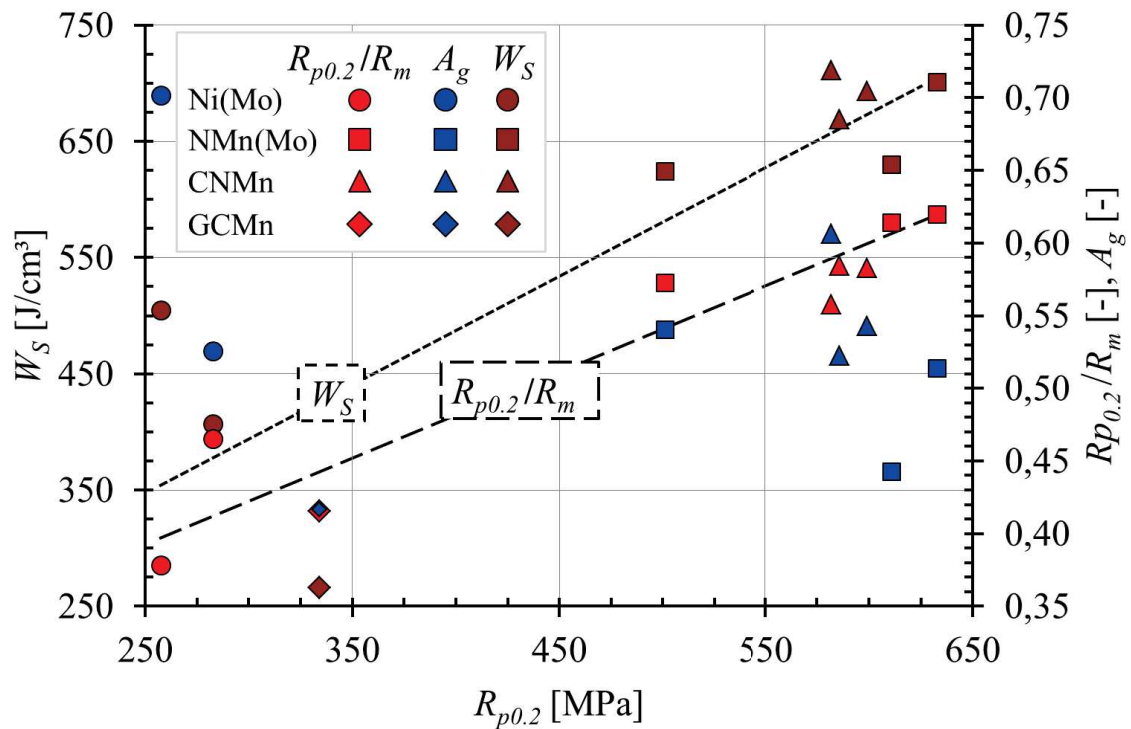


Abbildung 28: Streckgrenzenverhältnis, Gleichmaßdehnung und Bruchenergie der untersuchten Werkstoffe über der Dehngrenze

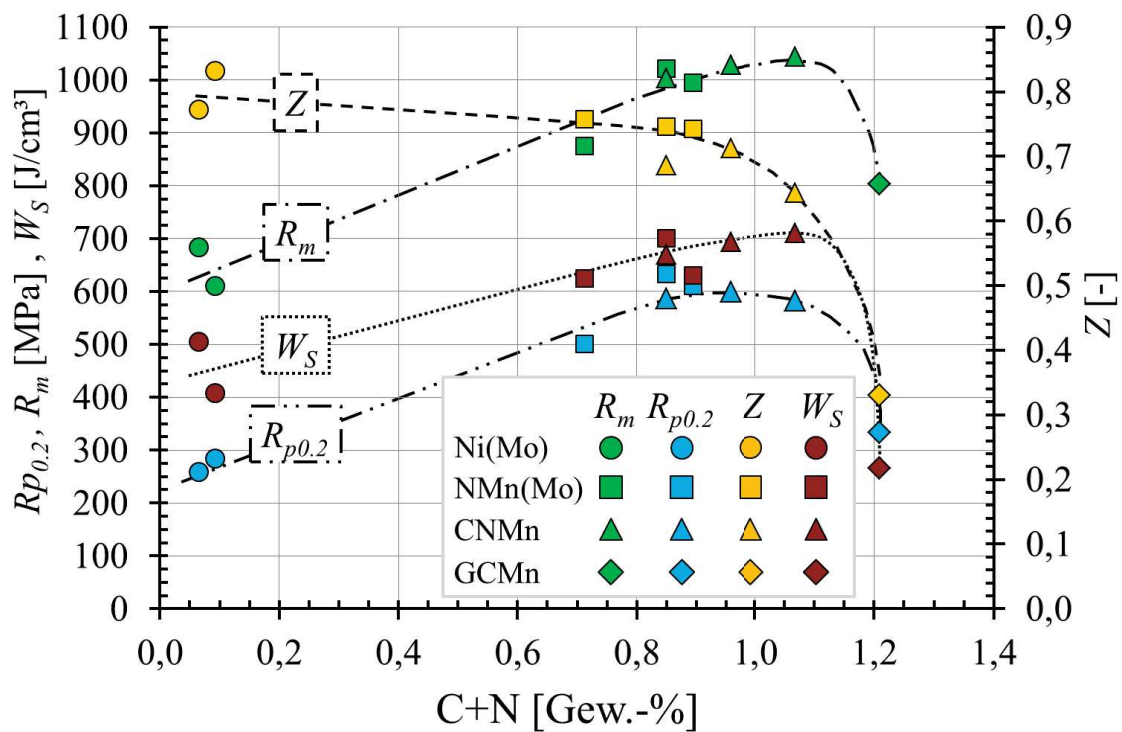


Abbildung 29: Quasistatische Eigenschaften der untersuchten Werkstoffe über dem Gesamtlegierungsanteil an interstitiellen Elementen

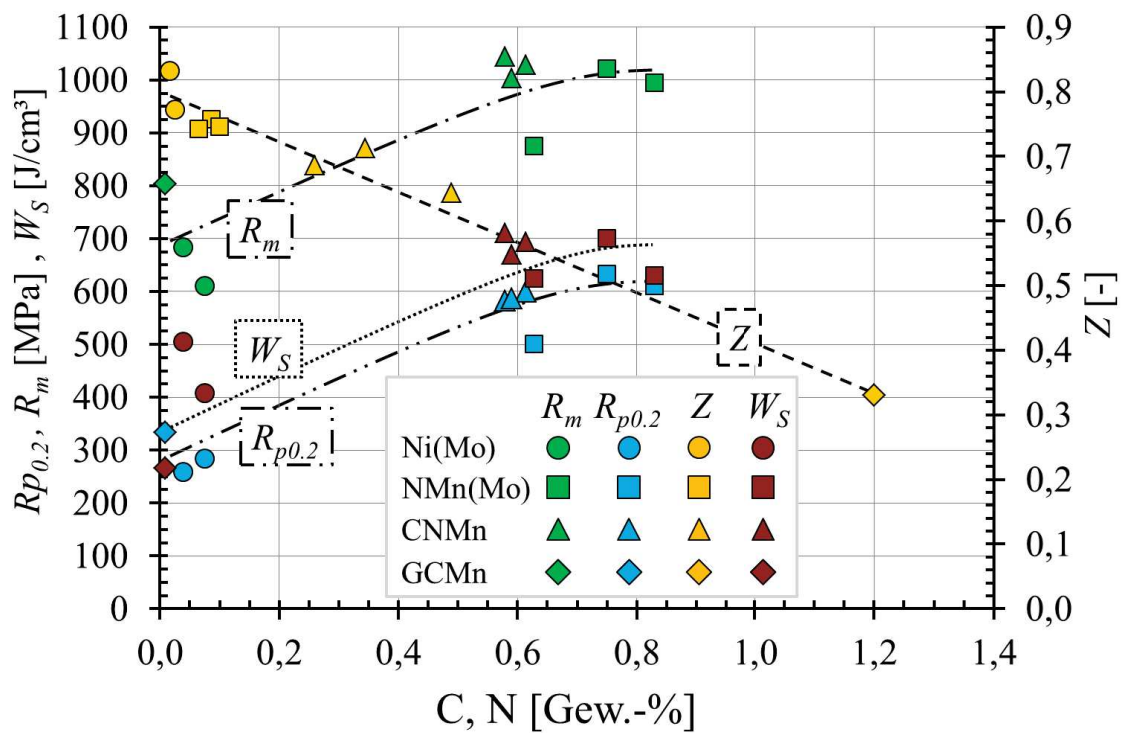


Abbildung 30: Quasistatische Eigenschaften der untersuchten Werkstoffe über dem Legierungsanteil an Kohlenstoff oder Stickstoff

- $R_{p0.2}$ ,  $R_m$  und  $W_S$  über dem Stickstoffgehalt
- $Z$  über dem Kohlenstoffgehalt

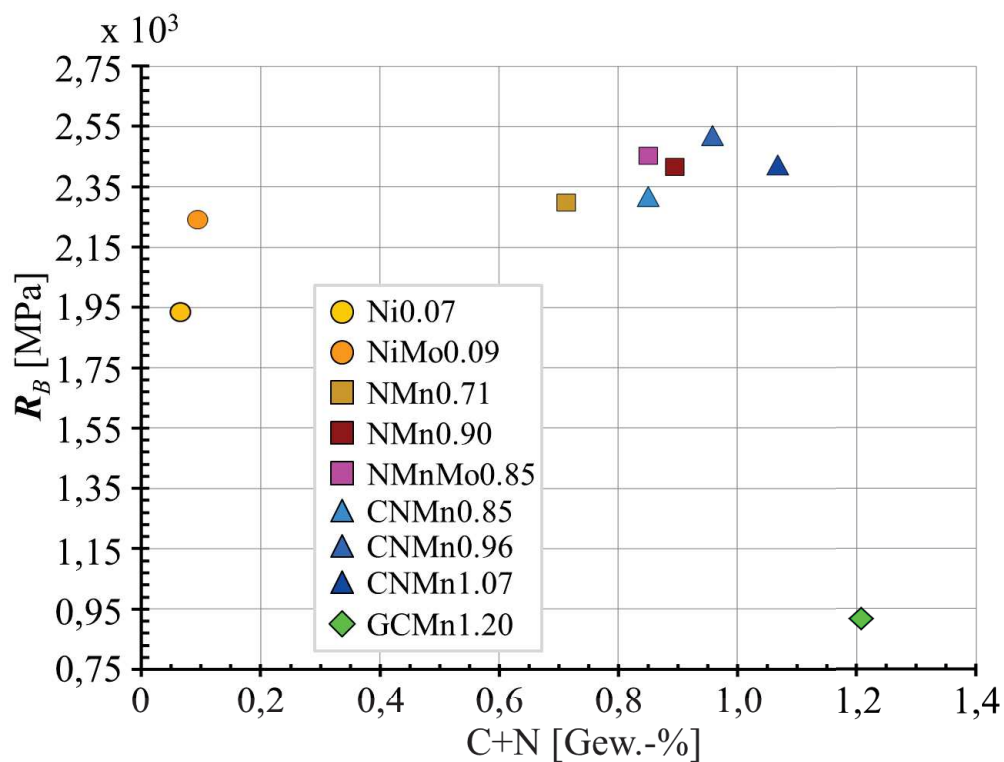


Abbildung 31: Wahre Bruchspannung  $R_B$  der untersuchten Werkstoffe über dem Gesamtlegierungsanteil an interstitiellen Elementen

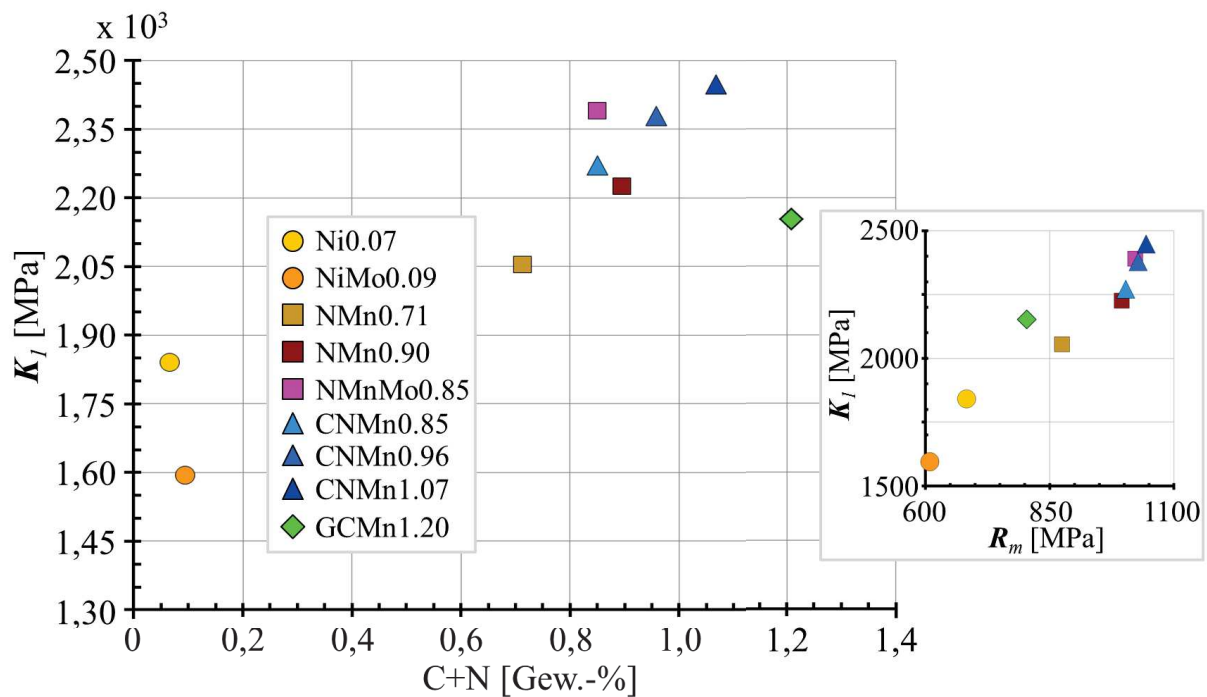


Abbildung 32: Verfestigungskoeffizient 1. Ordnung nach *Soussan et al.* [67] über dem Gesamtlegierungsanteil an interstitiellen Elementen der untersuchten Werkstoffe

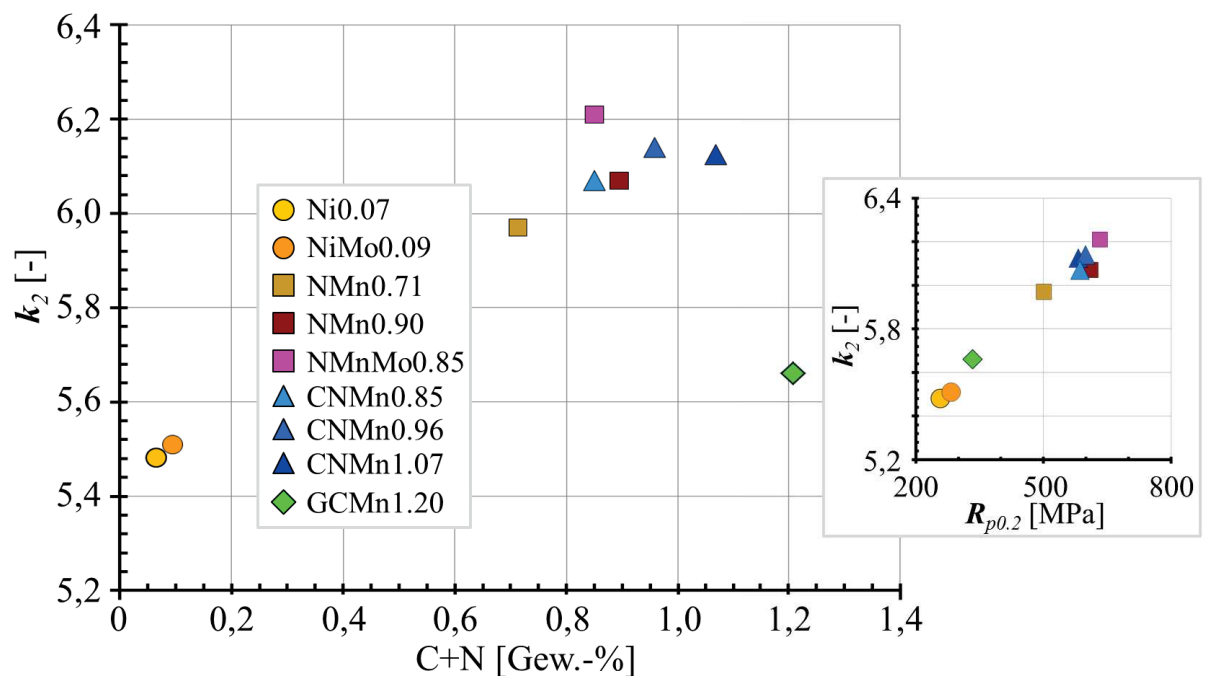


Abbildung 33: Verfestigungskoeffizient 2. Ordnung nach *Soussan et al.* [67] über dem Gesamtlegierungsanteil an interstitiellen Elementen der untersuchten Werkstoffe

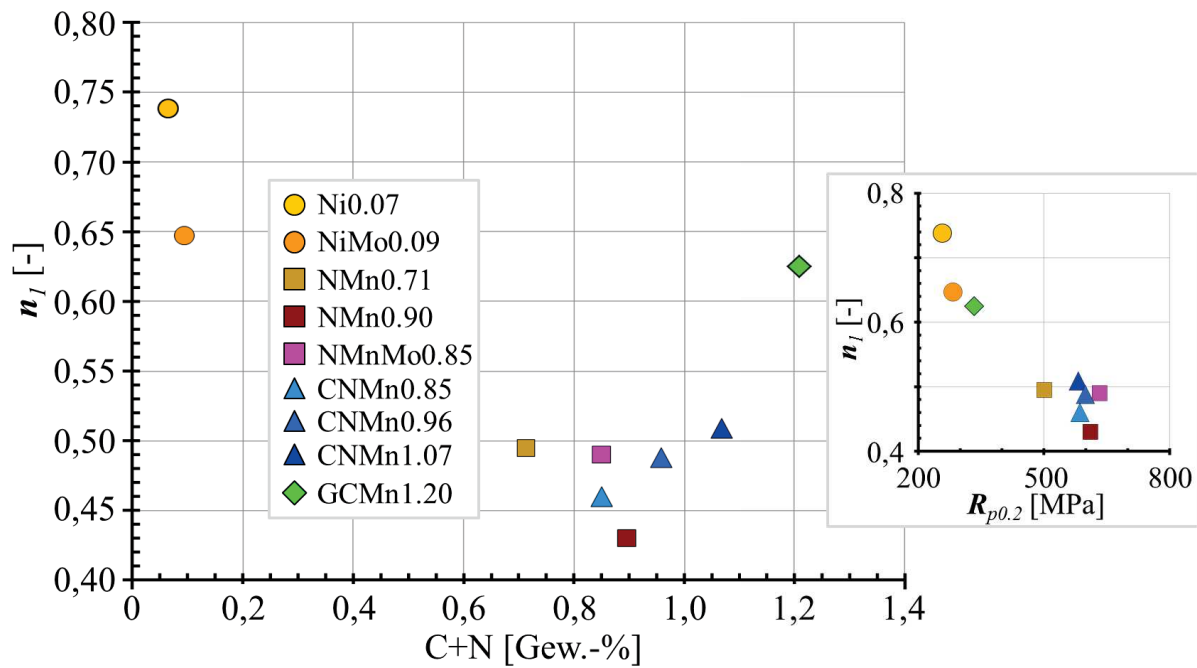


Abbildung 34: Verfestigungsexponent 1. Ordnung nach *Soussan et al.* [67] über dem Gesamtlegierungsanteil an interstitiellen Elementen der untersuchten Werkstoffe

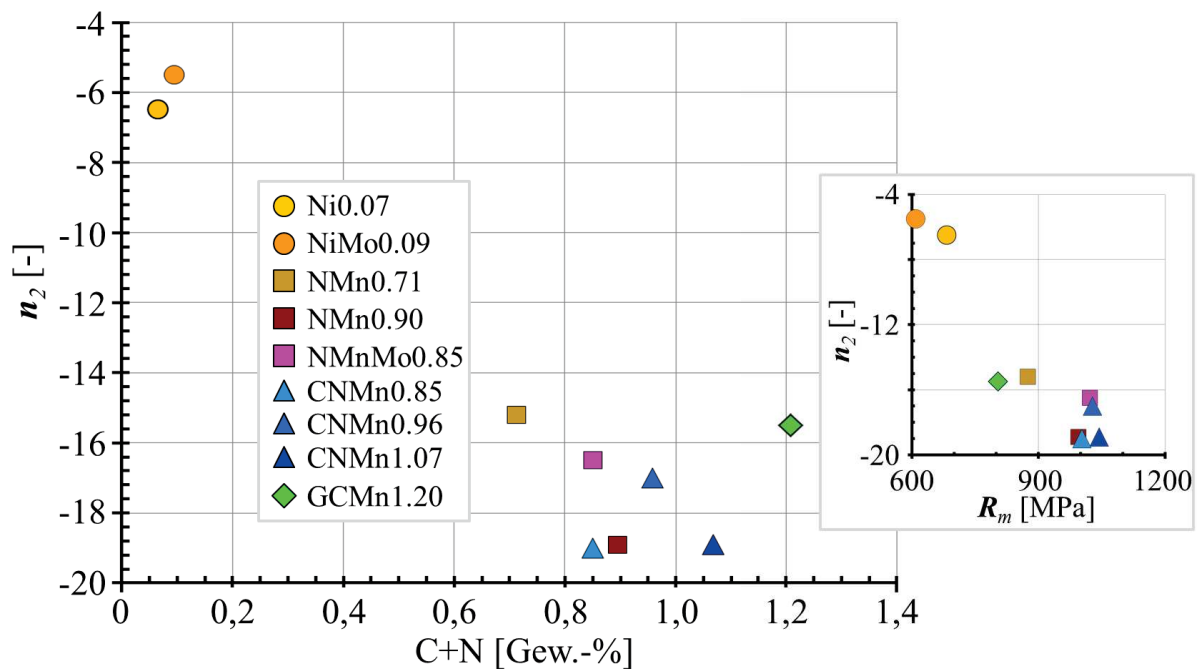


Abbildung 35: Verfestigungsexponent 2. Ordnung nach *Soussan et al.* [67] über dem Gesamtlegierungsanteil an interstitiellen Elementen der untersuchten Werkstoffe



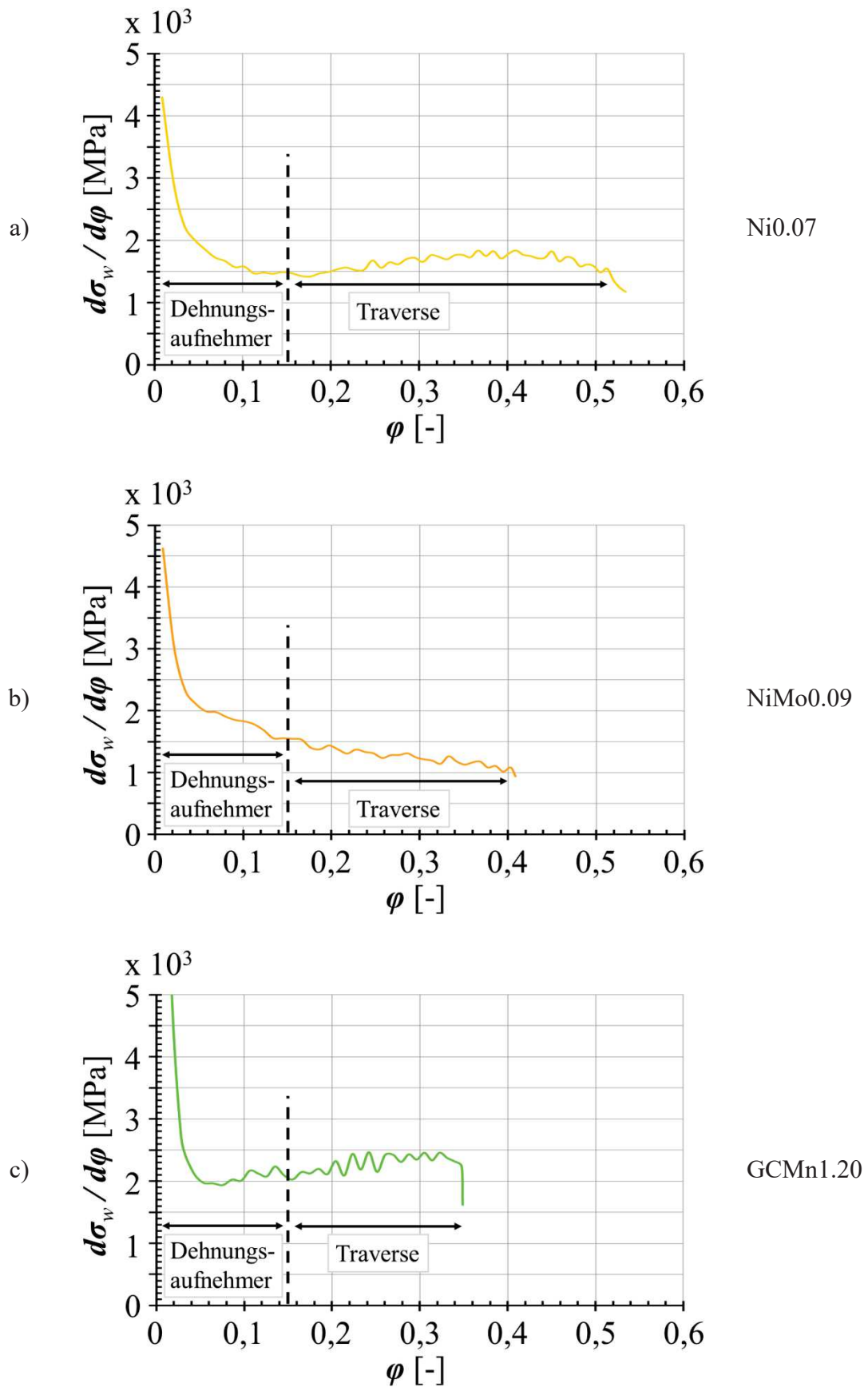


Abbildung 36: Verfestigungsrate  $d\sigma_w/d\varphi$  über der wahren Dehnung  $\varphi$  ab  $\varphi(R_{p0.2})$  bis zur Gleichmaßdehnung  $A_g$  - Teil 1: konventionelle austenitische Stähle, Hadfield Stahl

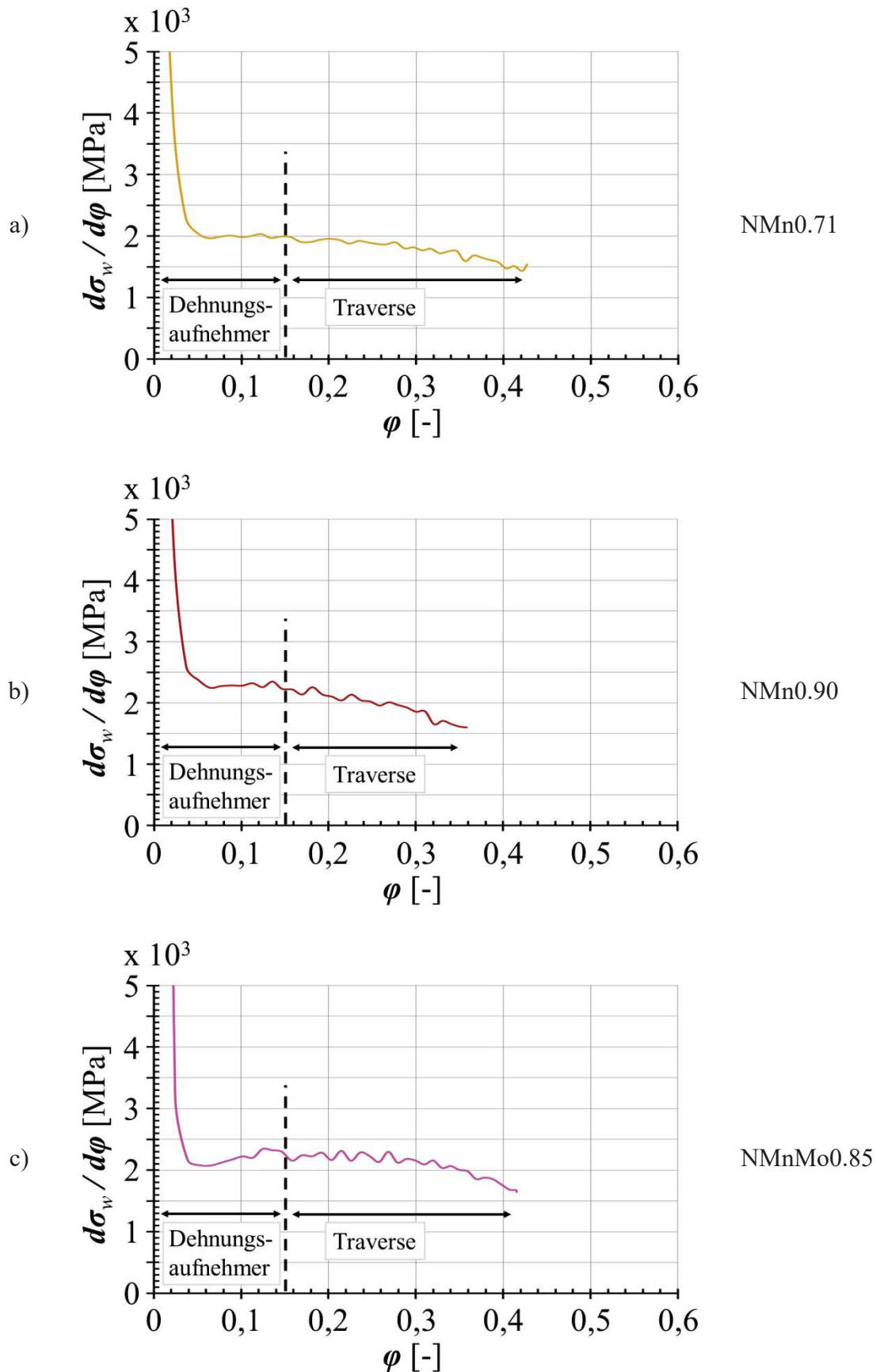


Abbildung 37: Verfestigungsrate  $d\sigma_w/d\varphi$  über der wahren Dehnung  $\varphi$  ab  $\varphi(R_{p0.2})$  bis zur Gleichmaßdehnung  $A_g$  - Teil 2: hochstickstofflegierte austenitische Stähle (AHNS bzw. CrMn(Mo)N-Stähle)

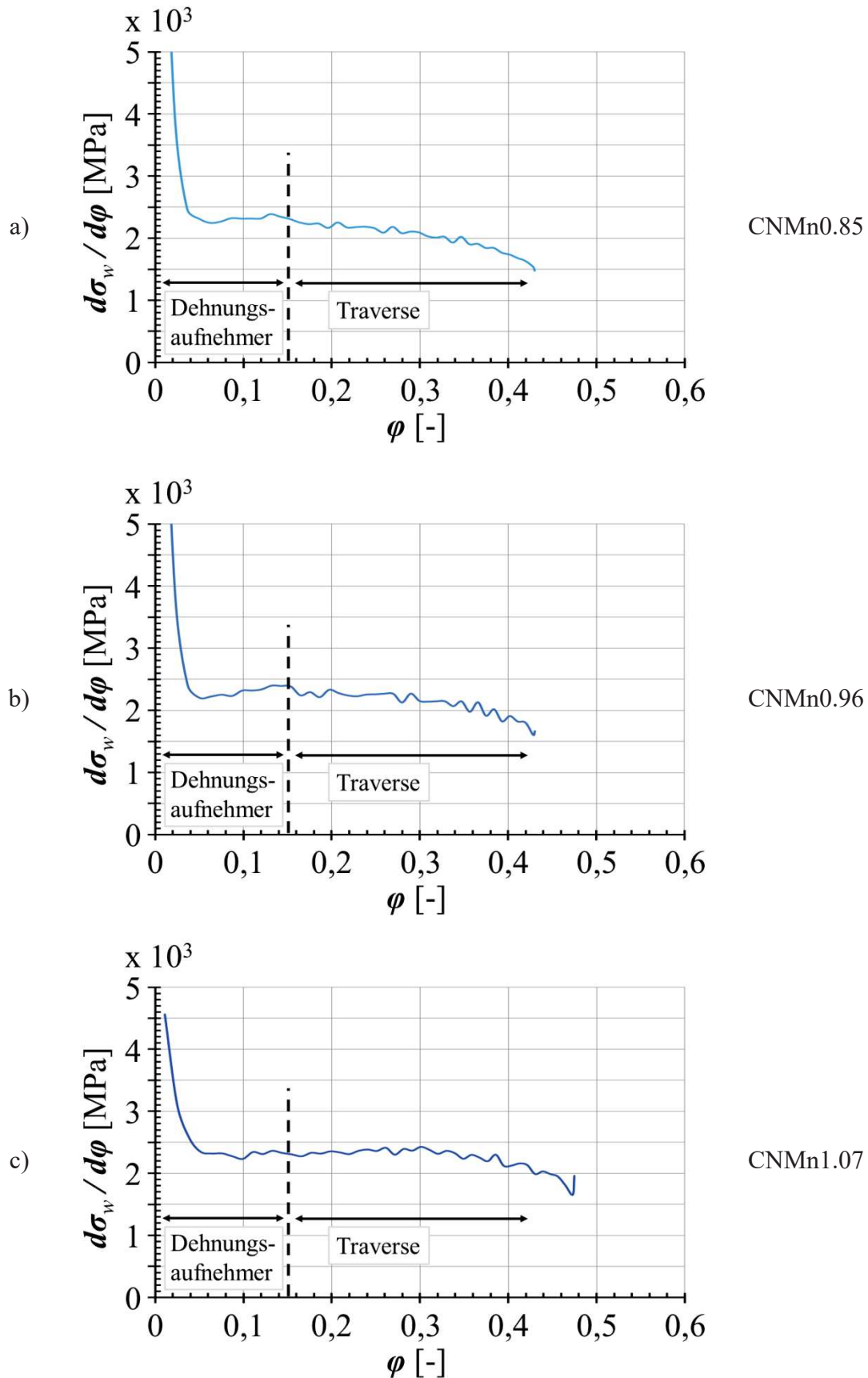


Abbildung 38: Verfestigungsrate  $d\sigma_w/d\varphi$  über der wahren Dehnung  $\varphi$  ab  $\varphi(R_{p0.2})$  bis zur Gleichmaßdehnung  $A_g$  - Teil 3: hochinterstitielllegierte austenitische Stähle (AHIS bzw. CarNit-Stähle)

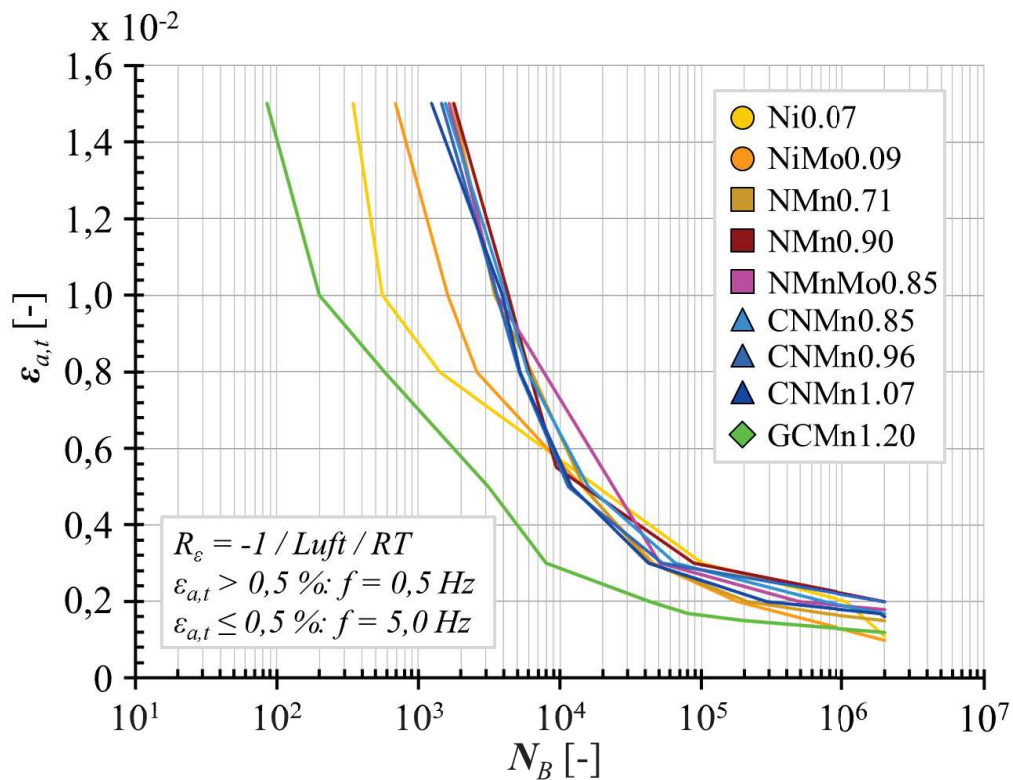


Abbildung 39: Dehnungswöhlerschaubilder der untersuchten Werkstoffe aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

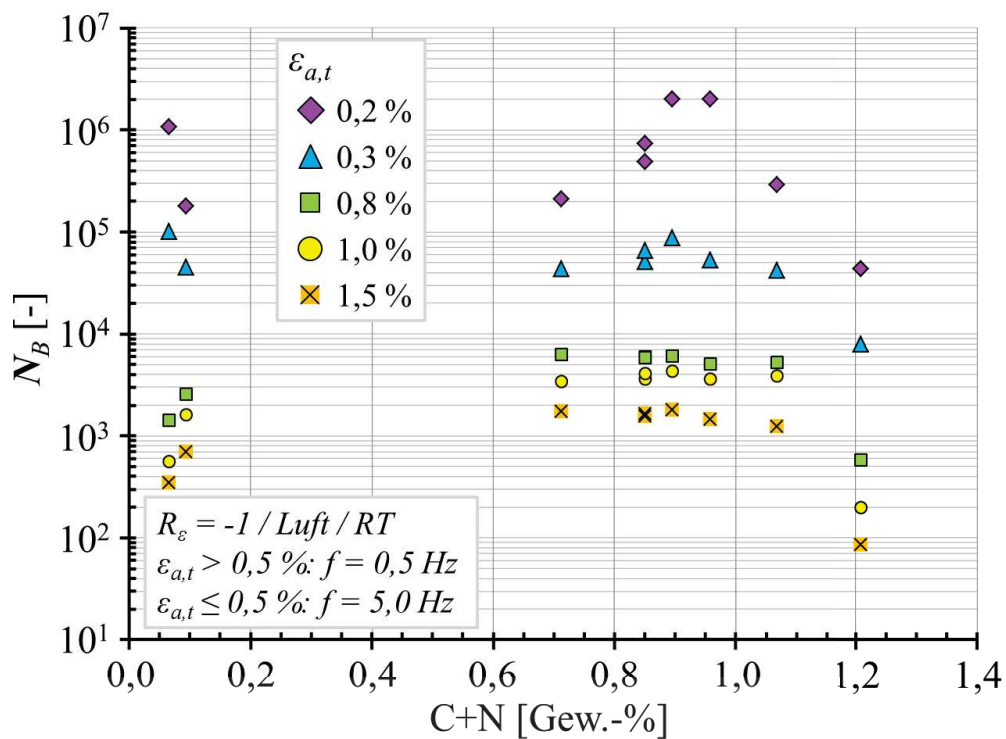


Abbildung 40: Bruchlastspielzahl  $N_B$  über dem Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Legierungselemente Kohlenstoff und Stickstoff für verschiedene Totaldehnungsamplituden  $\varepsilon_{a,t}$

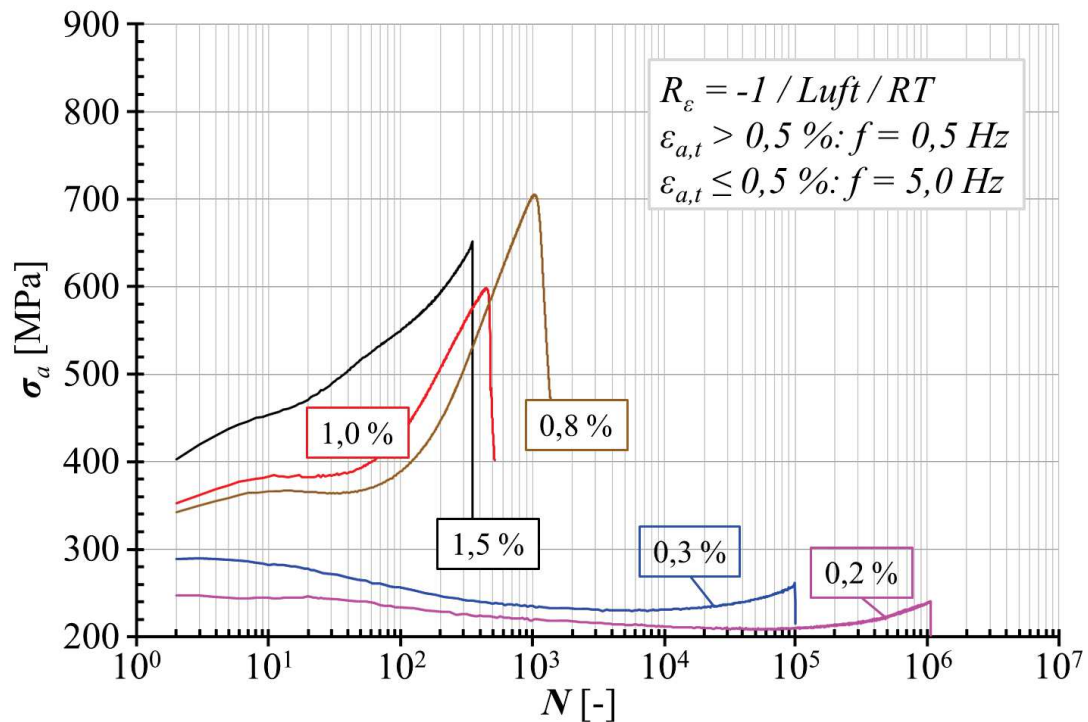


Abbildung 41: Wechselverformungskurven des Ni0.07 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

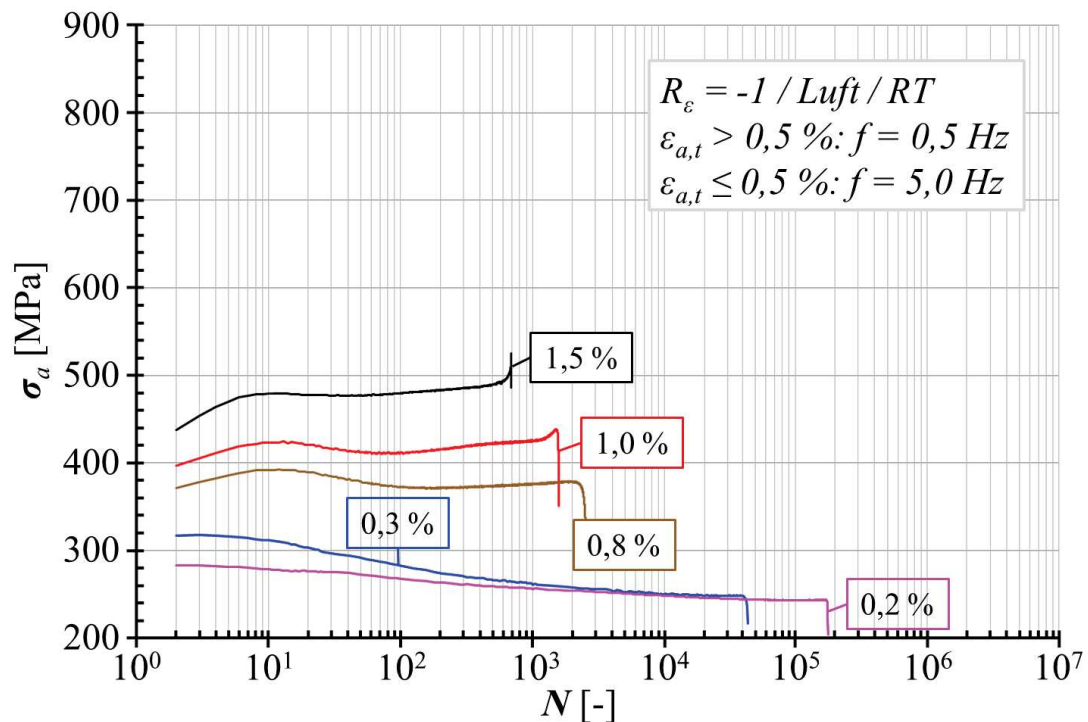


Abbildung 42: Wechselverformungskurven des NiMo0.09 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

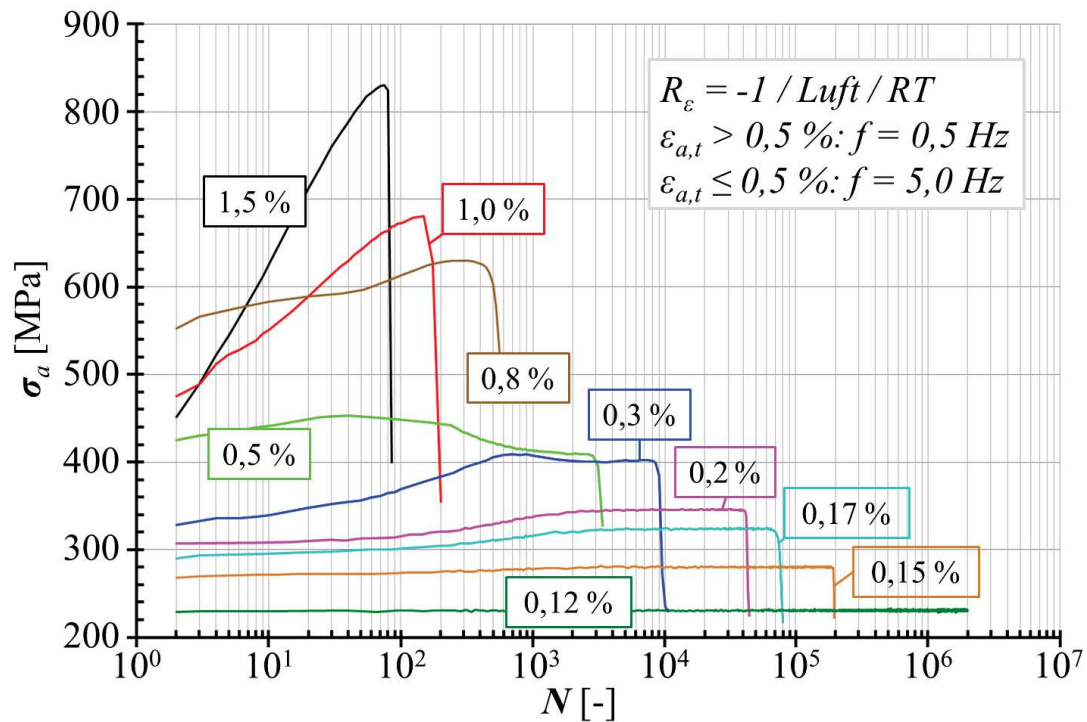


Abbildung 43: Wechselverformungskurven des GCMn1.20 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

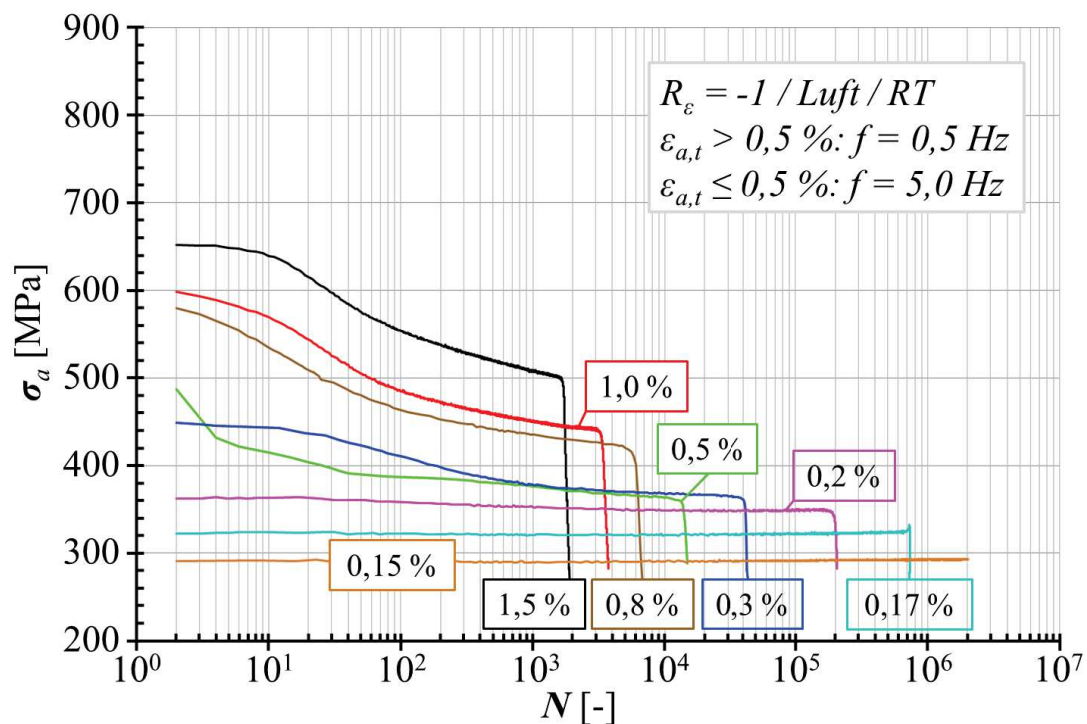


Abbildung 44: Wechselverformungskurven des NMn0.71 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen



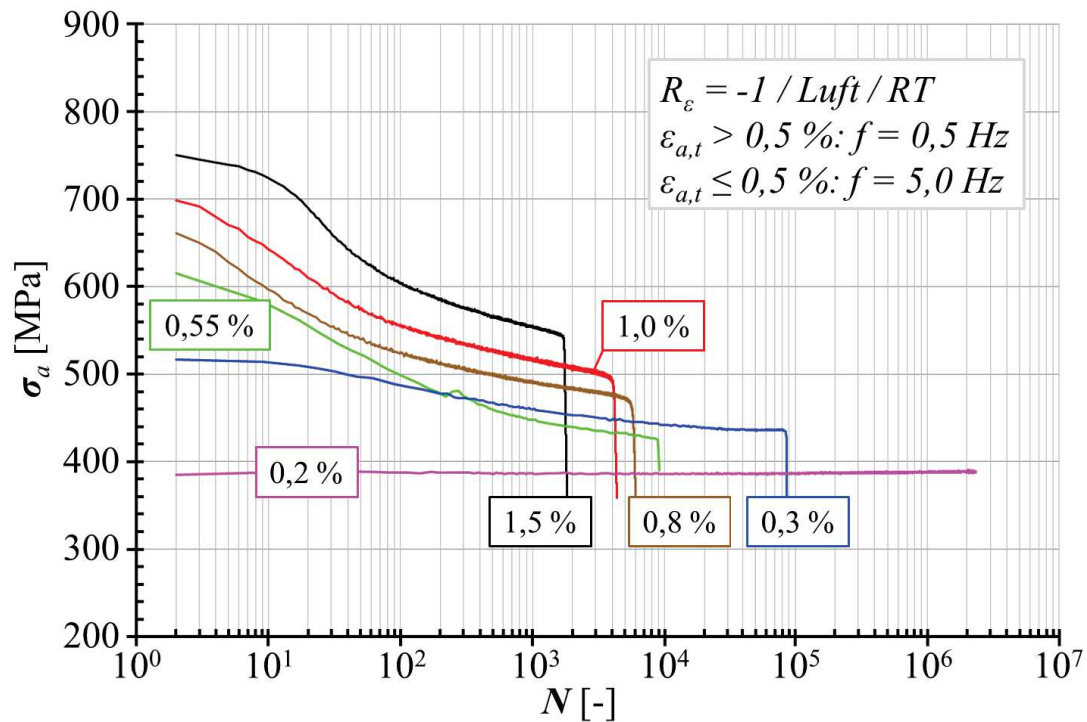


Abbildung 45: Wechselverformungskurven des NMn0.90 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

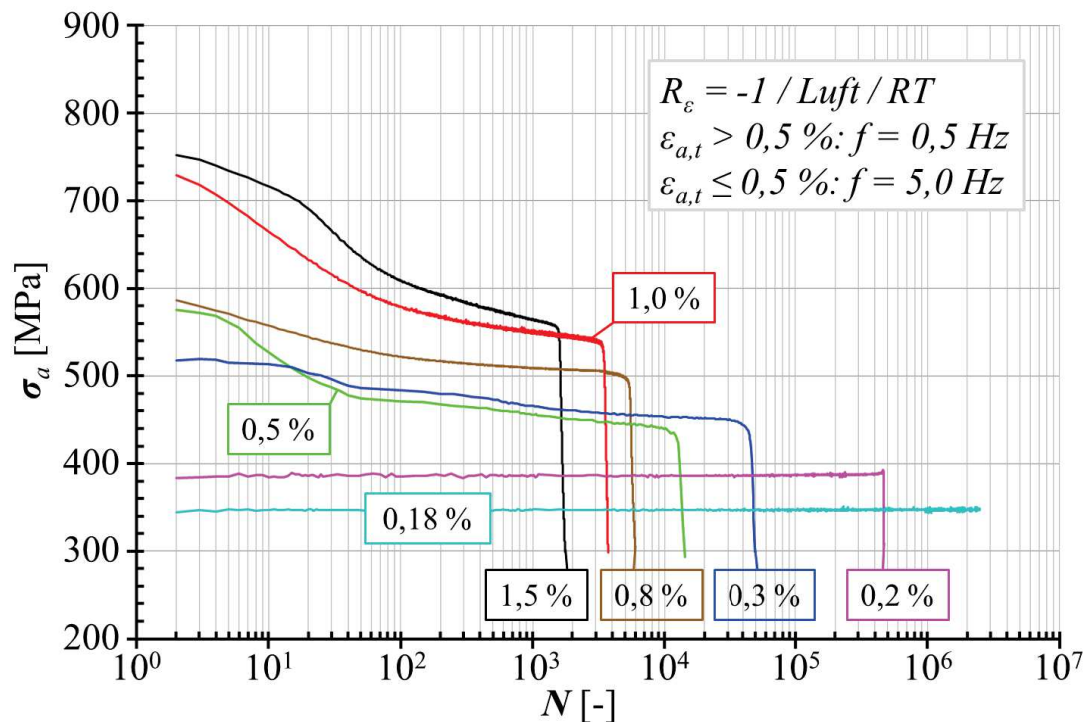


Abbildung 46: Wechselverformungskurven des NMnMo0.85 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

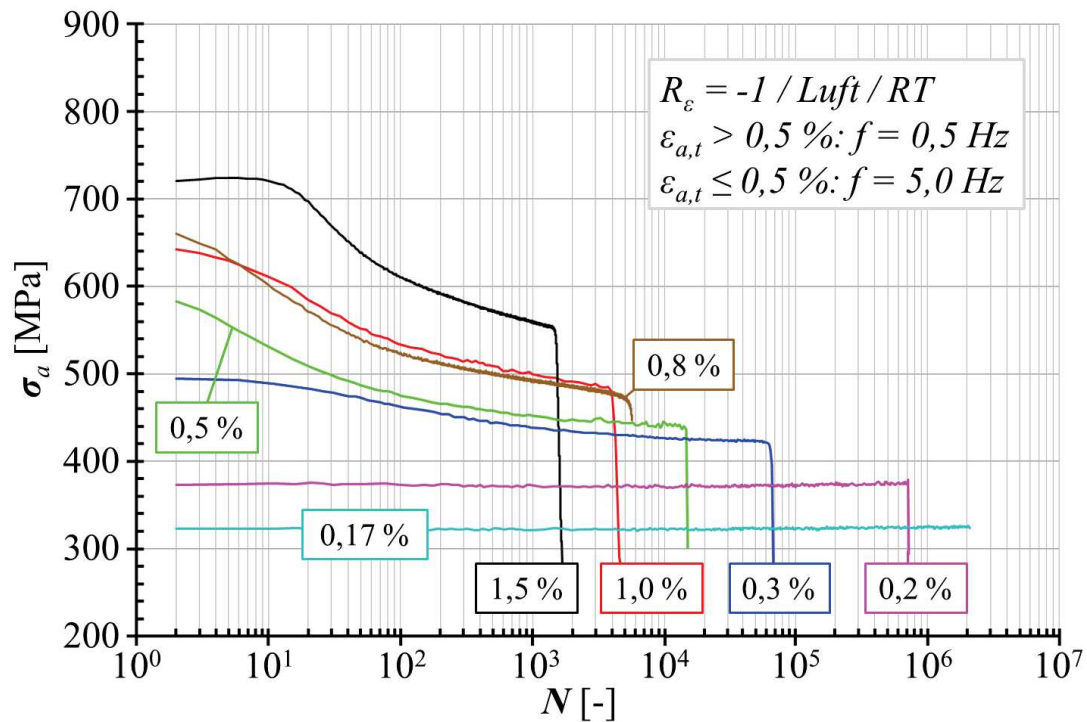


Abbildung 47: Wechselverformungskurven des CNMn0.85 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

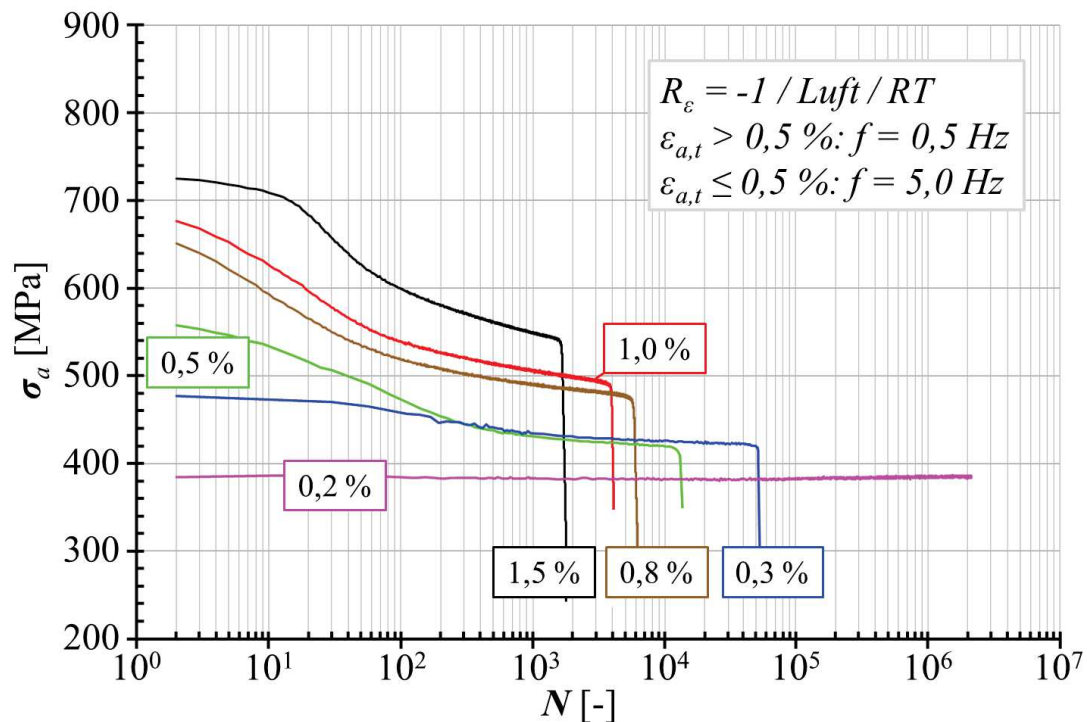


Abbildung 48: Wechselverformungskurven des CNMn0.96 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

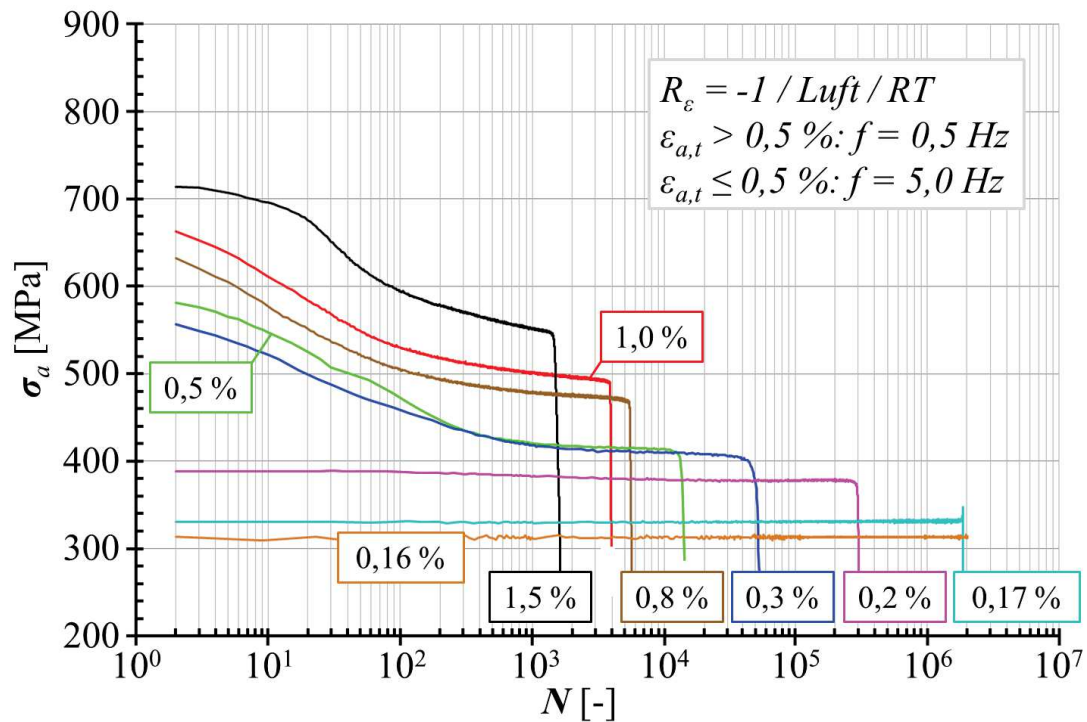


Abbildung 49: Wechselverformungskurven des CNMn1.07 im LG-Zustand aus totaldehnungskontrollierten Versuchen

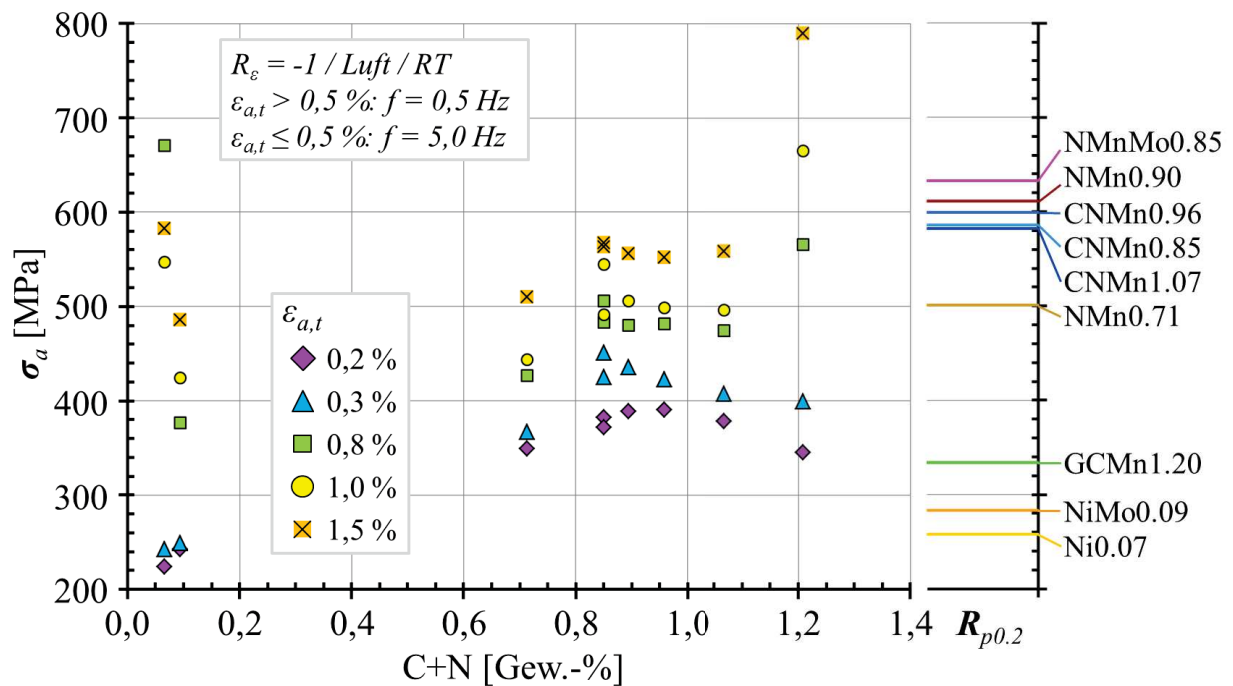


Abbildung 50: Spannungsamplitude  $\sigma_a$  bei  $N_B/2$  über dem Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Legierungselemente Kohlenstoff und Stickstoff für verschiedene Totaldehnungsamplituden  $\varepsilon_{a,t}$  im Vergleich zur Streckgrenze  $R_{p0.2}$

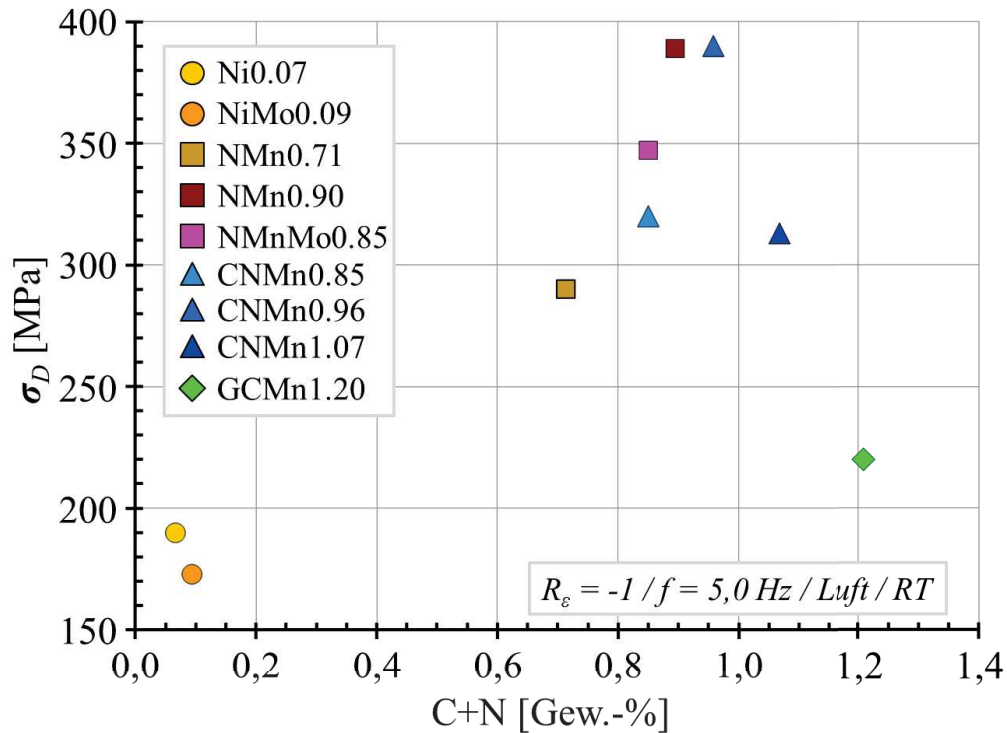


Abbildung 51: Dauerfestigkeit  $\sigma_D$  nach  $2 \cdot 10^6$  Lastwechseln über dem Gesamtlegierungsgehalt der interstitiellen Legierungselemente Kohlenstoff und Stickstoff

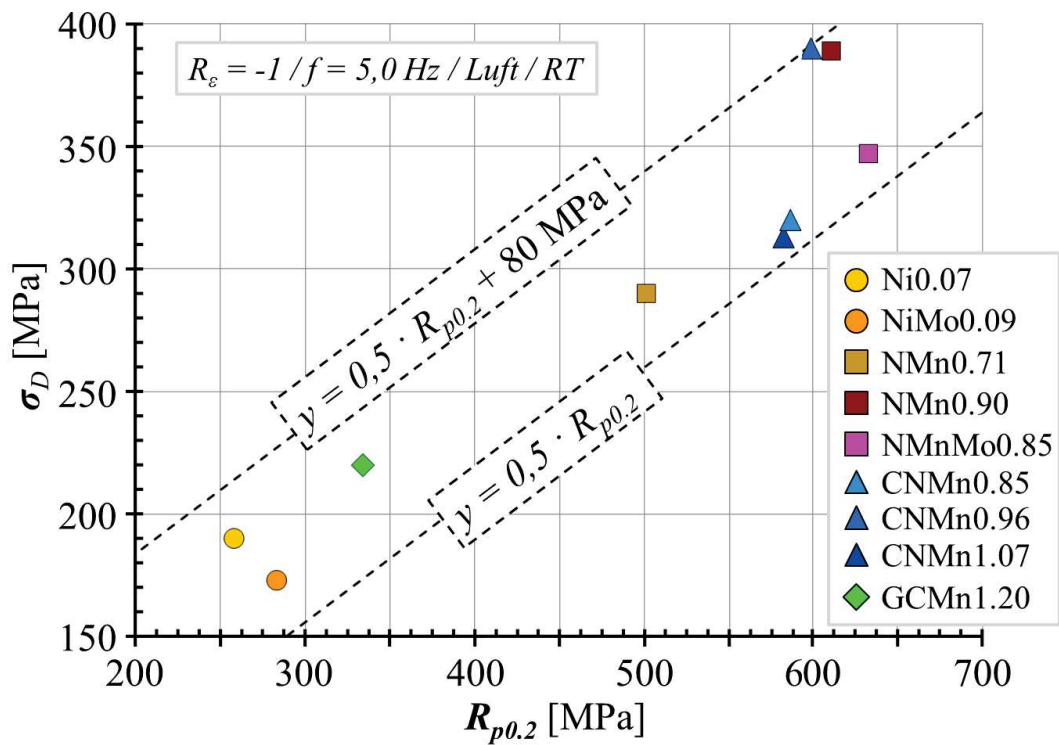


Abbildung 52: Dauerfestigkeit  $\sigma_D$  über der Streckgrenze  $R_{p0.2}$

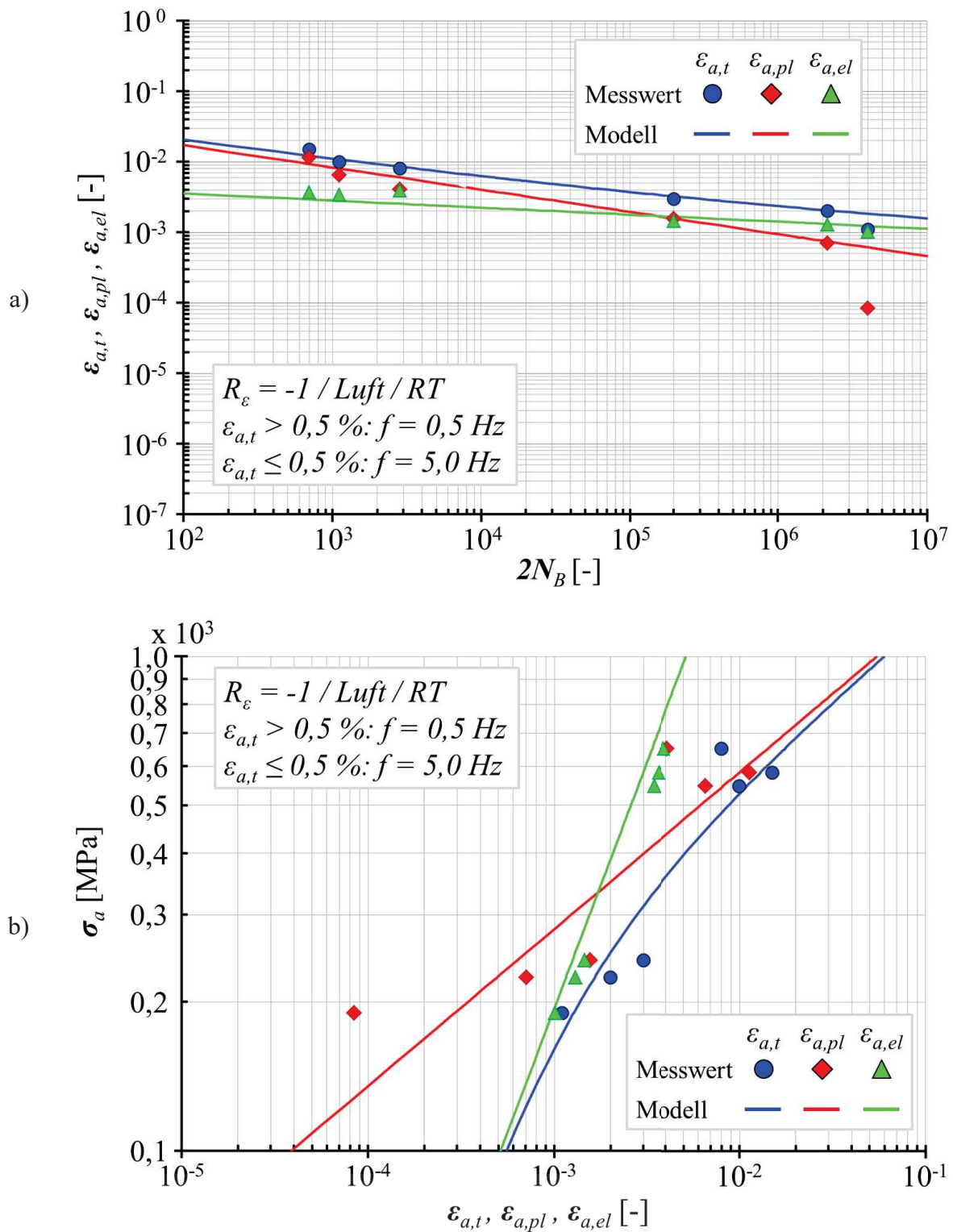


Abbildung 53: Ni0.07: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]

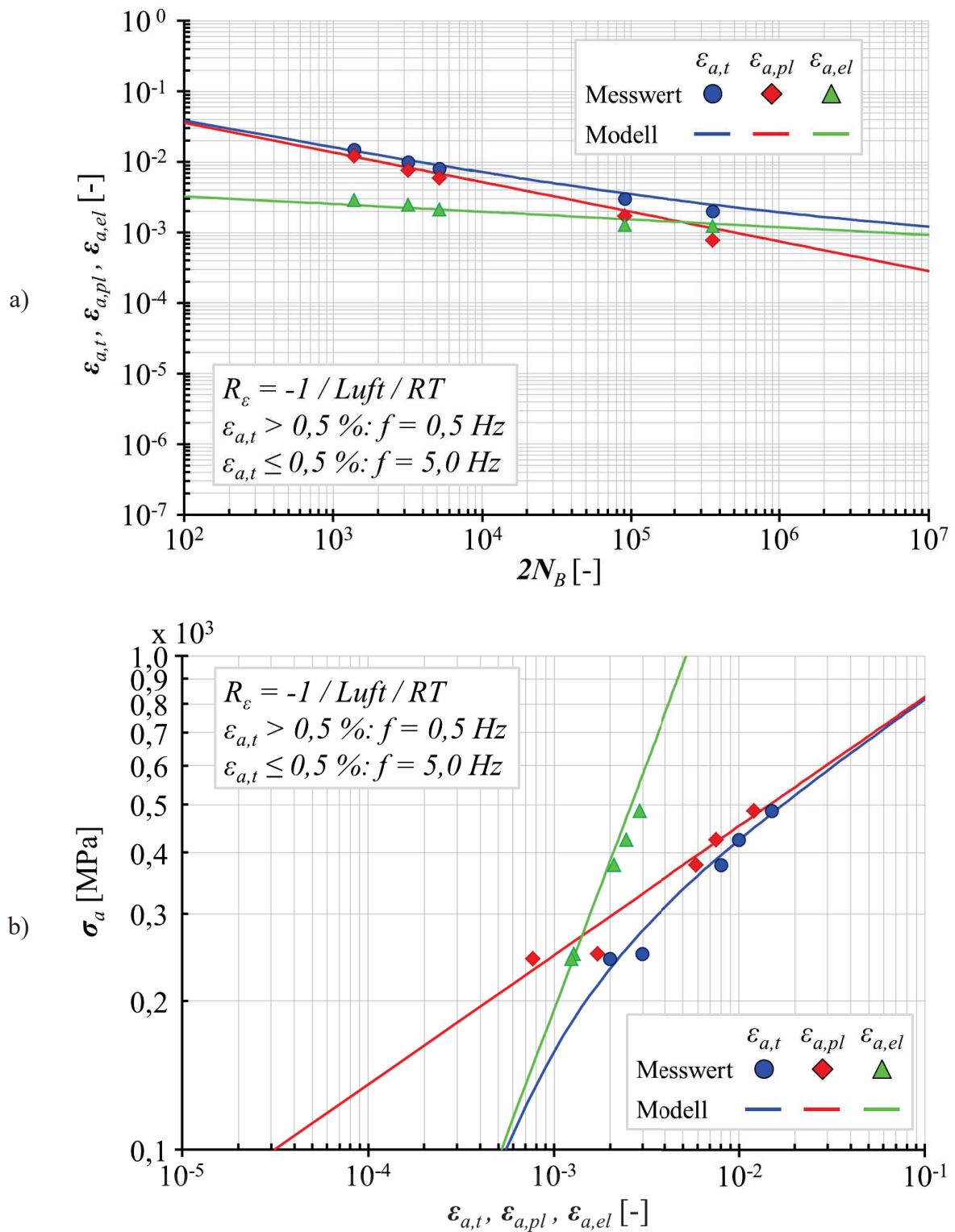


Abbildung 54: NiMo0.09: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]



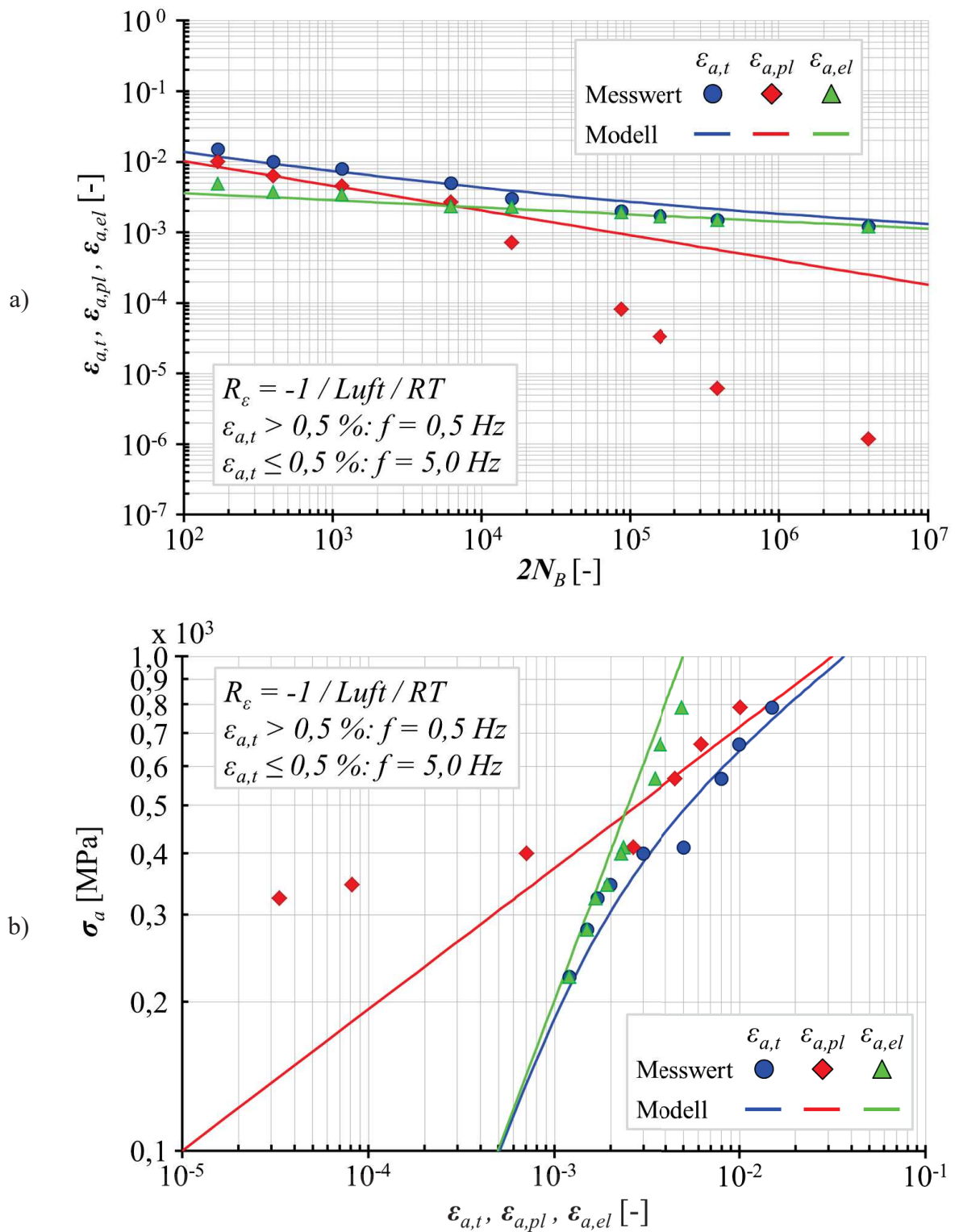


Abbildung 55: GCMn1.20: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]

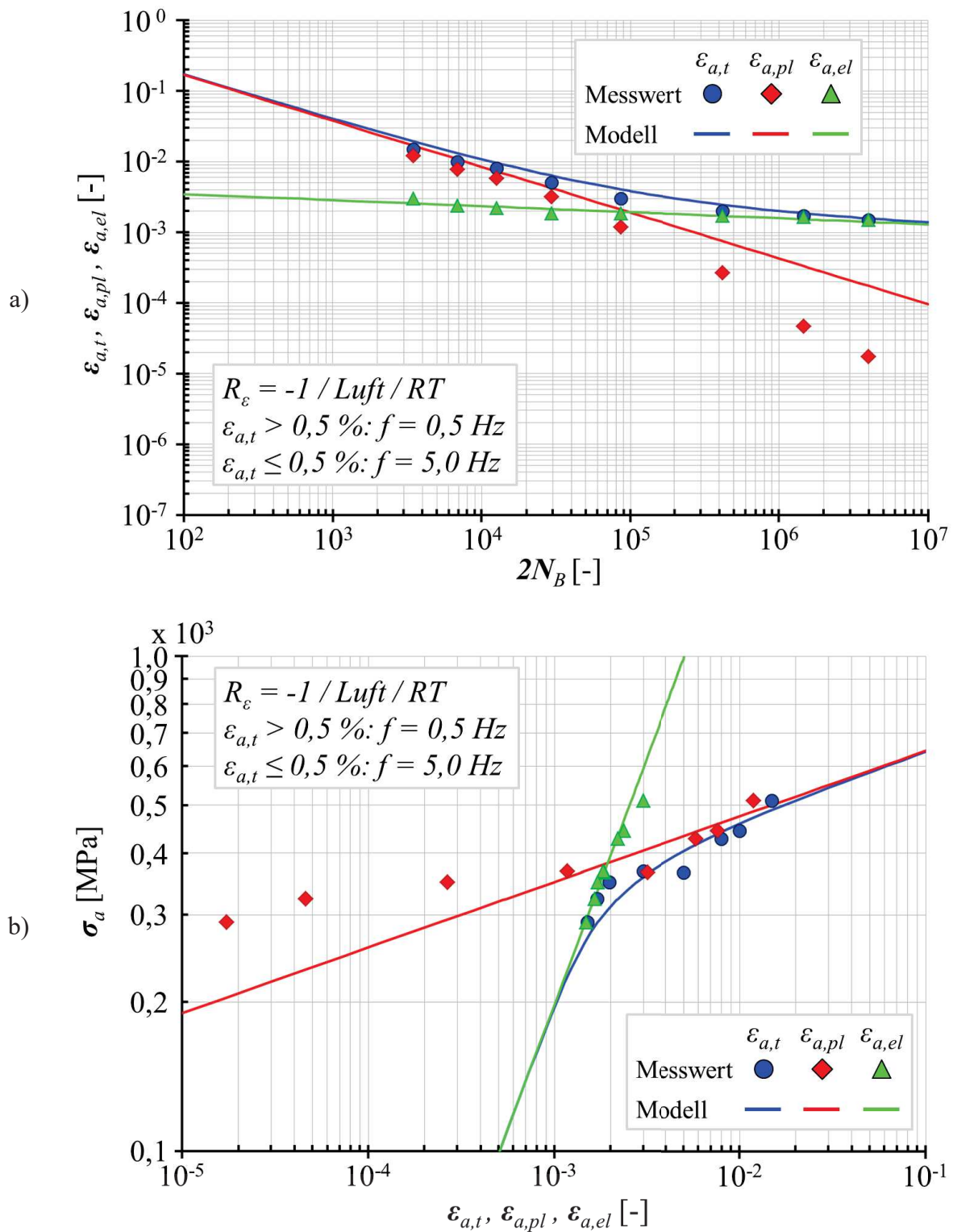


Abbildung 56: NMn0.71: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]

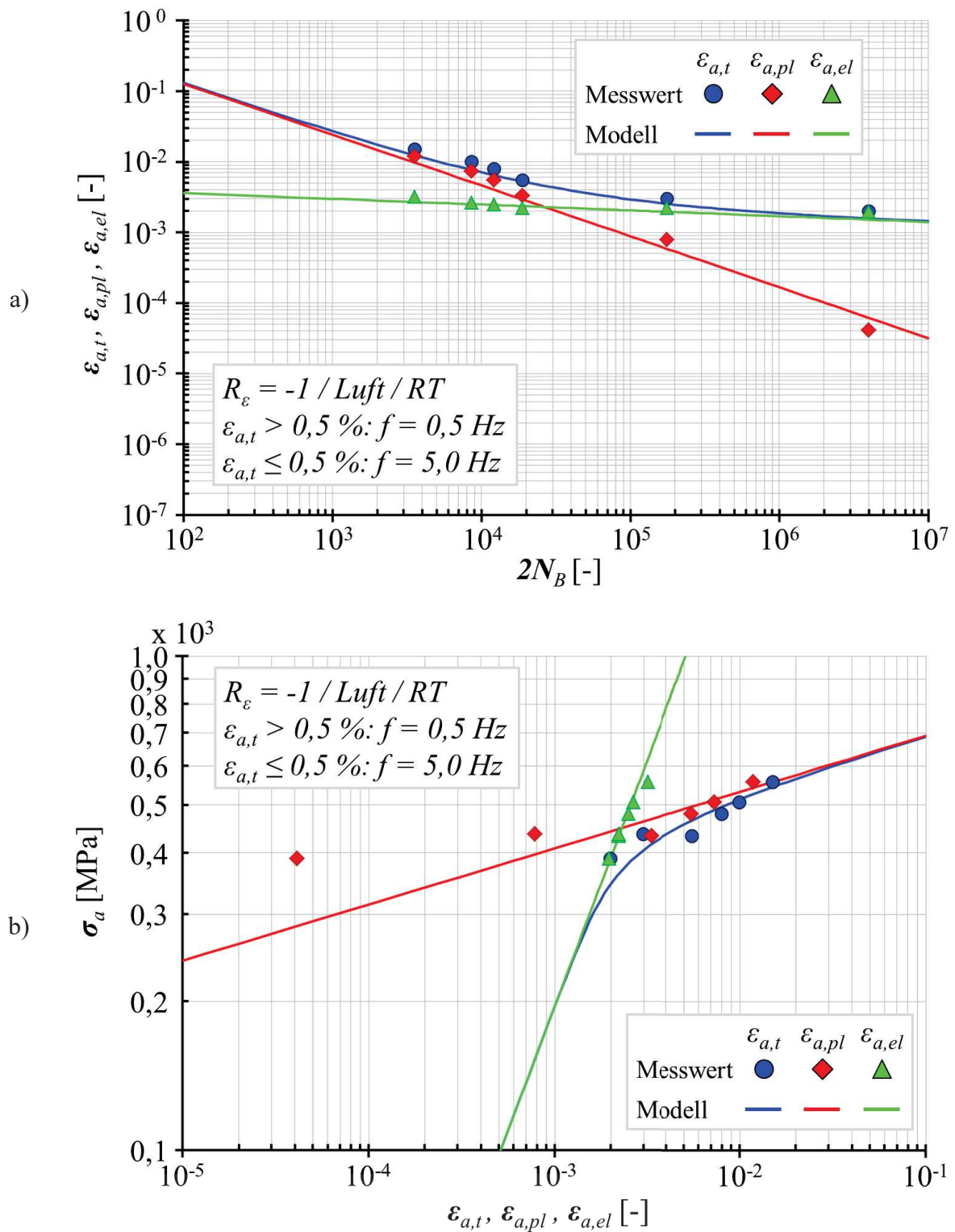


Abbildung 57: NMn0.90: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]

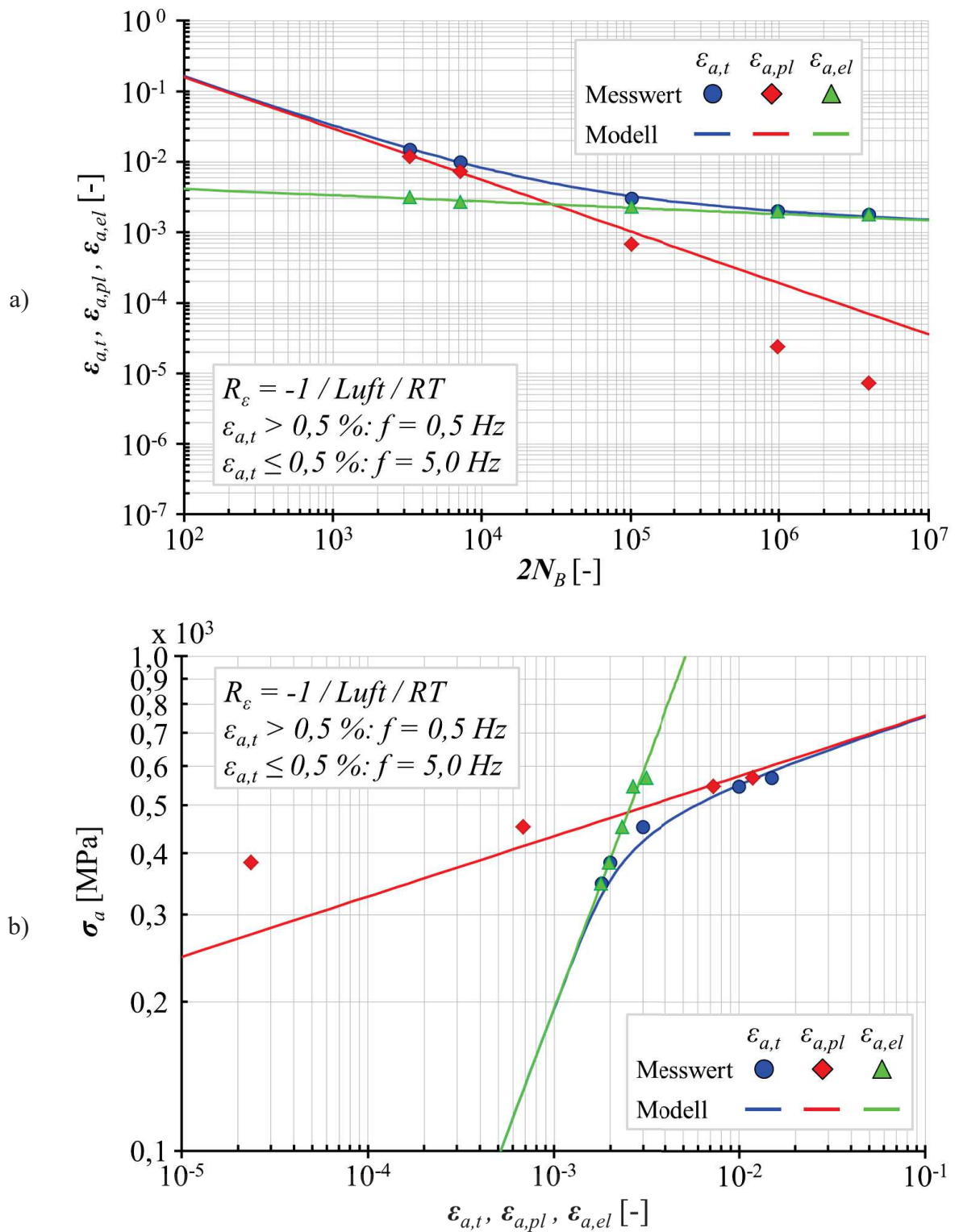


Abbildung 58: NMnMo0.85: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]

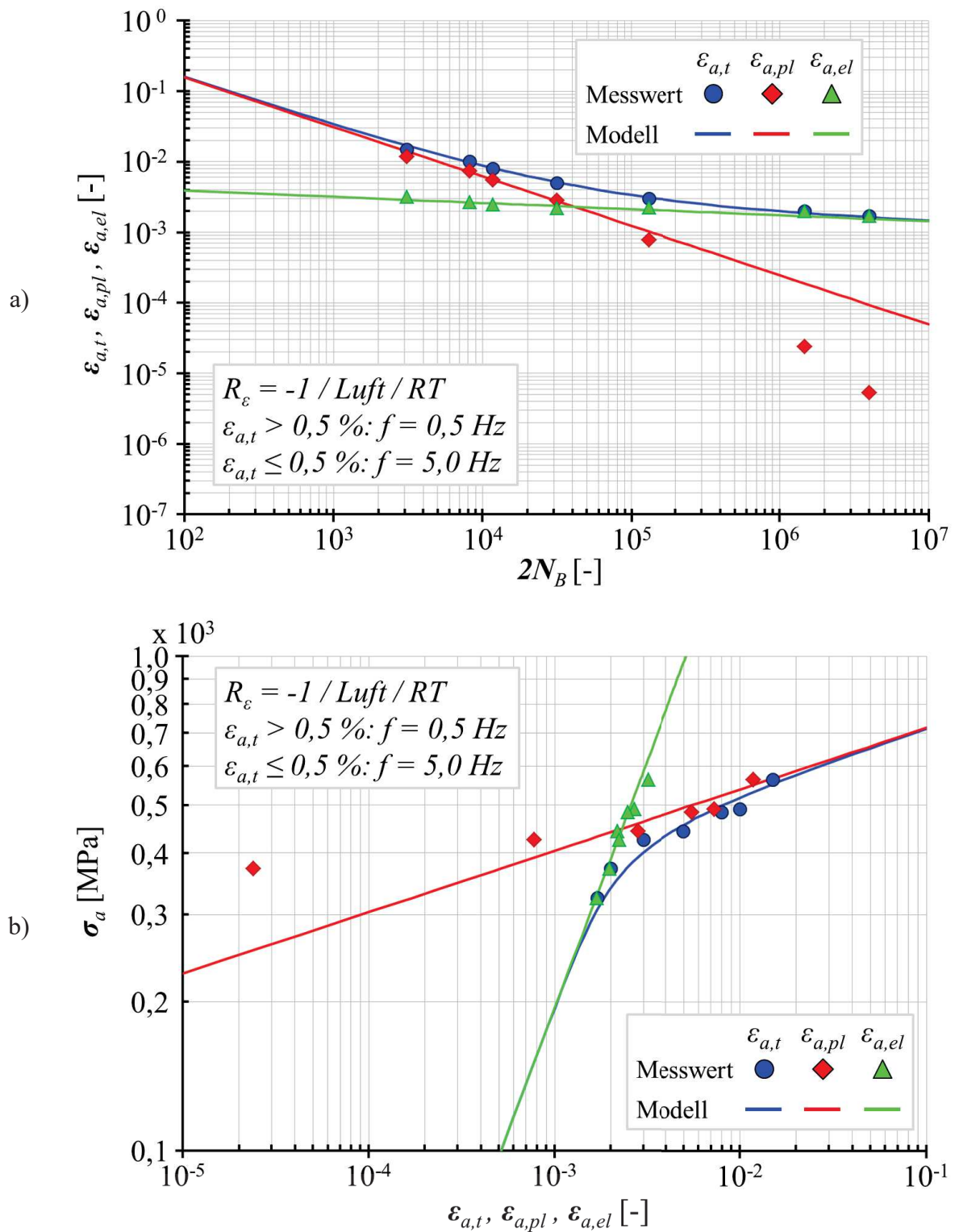


Abbildung 59: CNMn0.85: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]



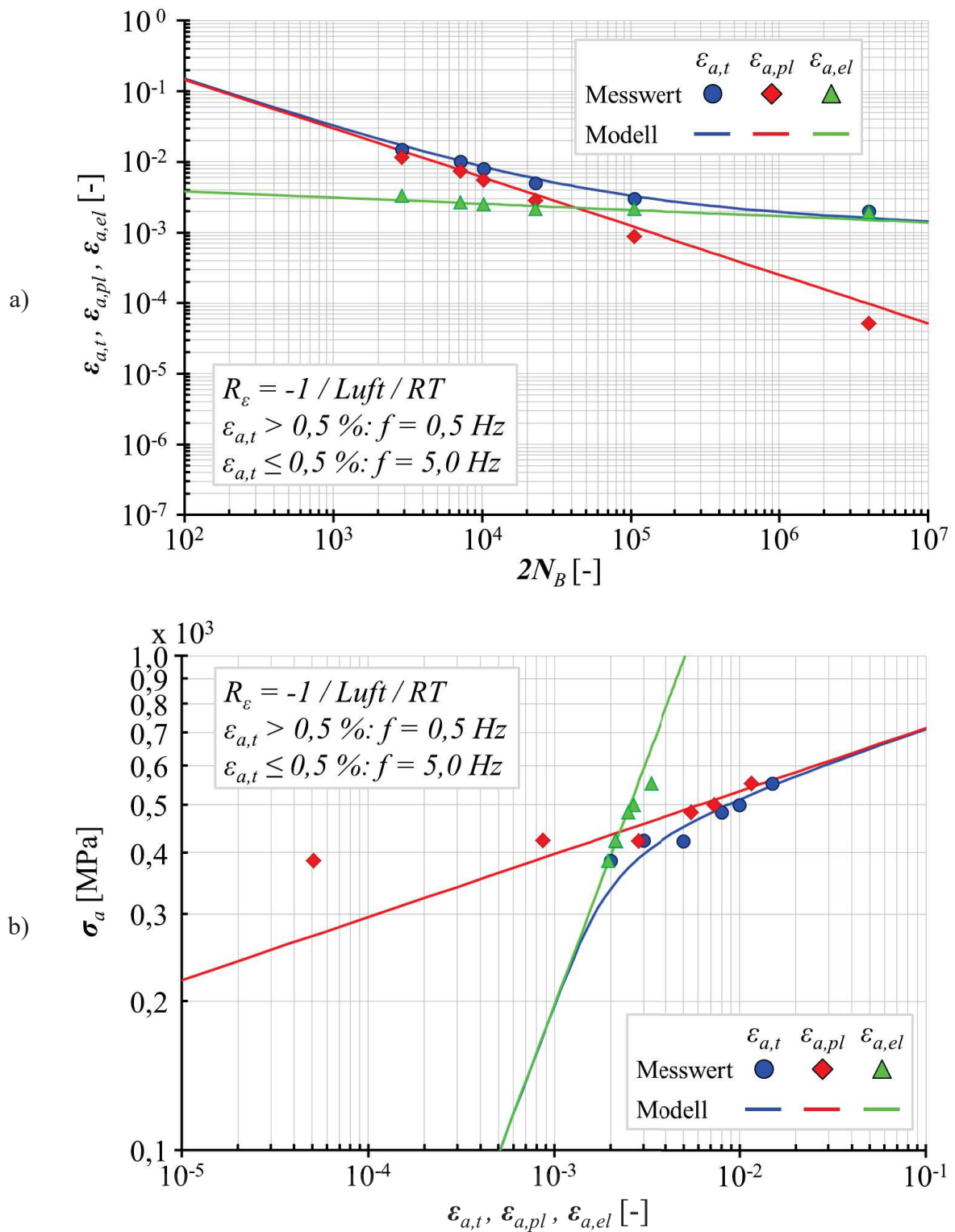


Abbildung 60: CNMn0.96: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]



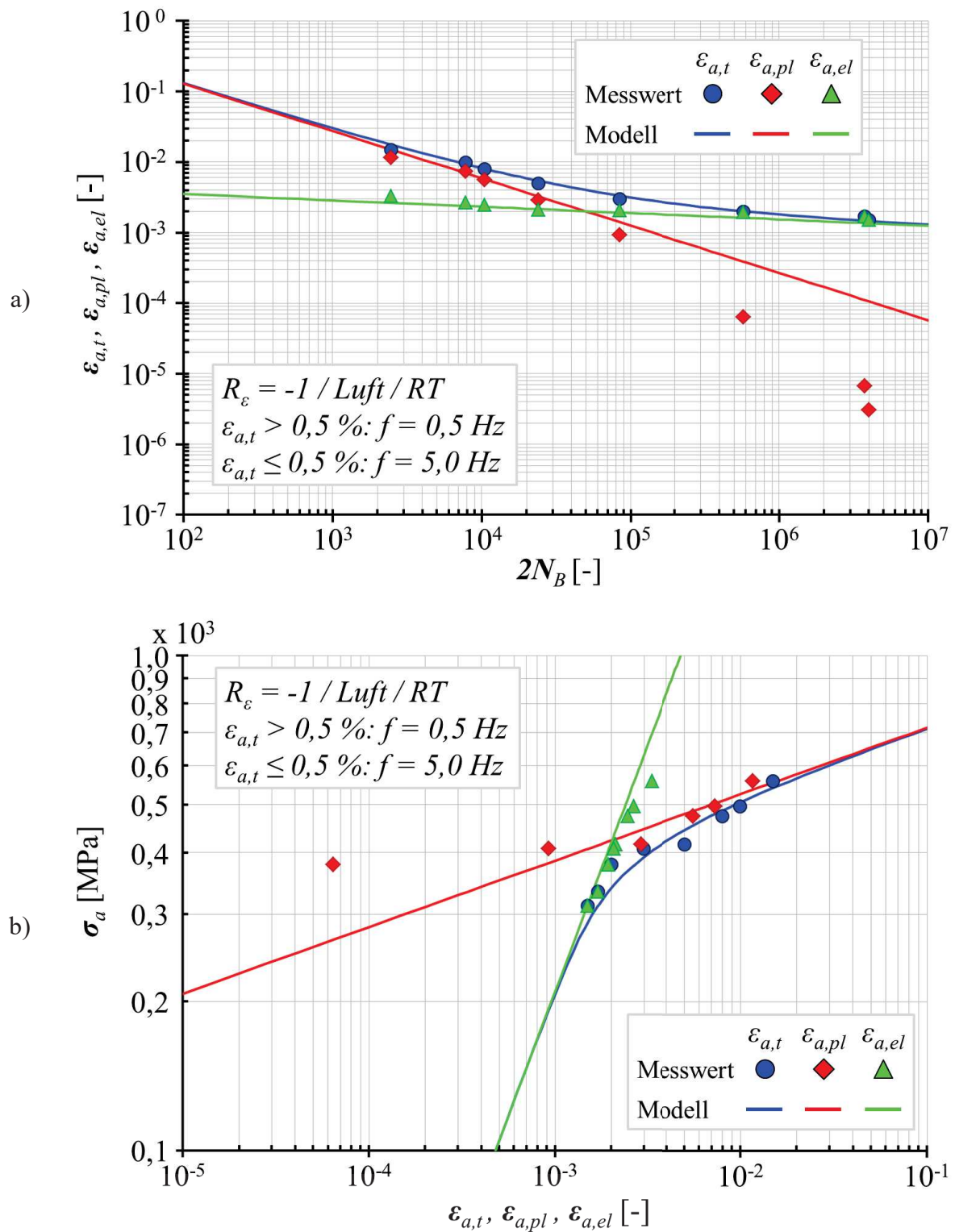


Abbildung 61: CNMn1.07: Darstellung der Ergebnisse aus totaldehnungskontrollierten Versuchen nach den Modellen von a) *Morrow* [27] und b) *Ramberg-Osgood* [31]

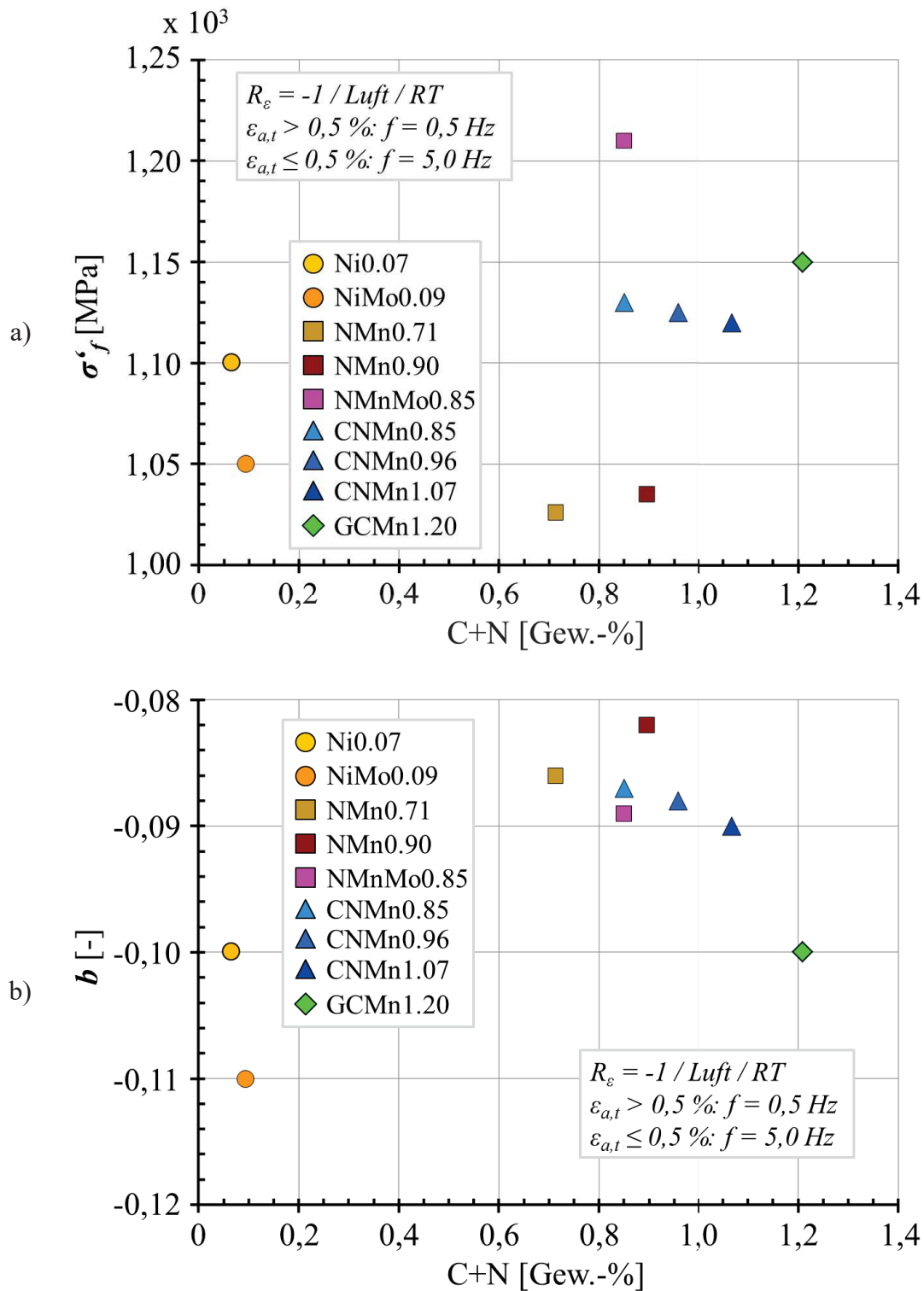


Abbildung 62: *Basquin* a) -Koeffizient und b) -Exponent nach [28] über dem Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Elemente Kohlenstoff und Stickstoff

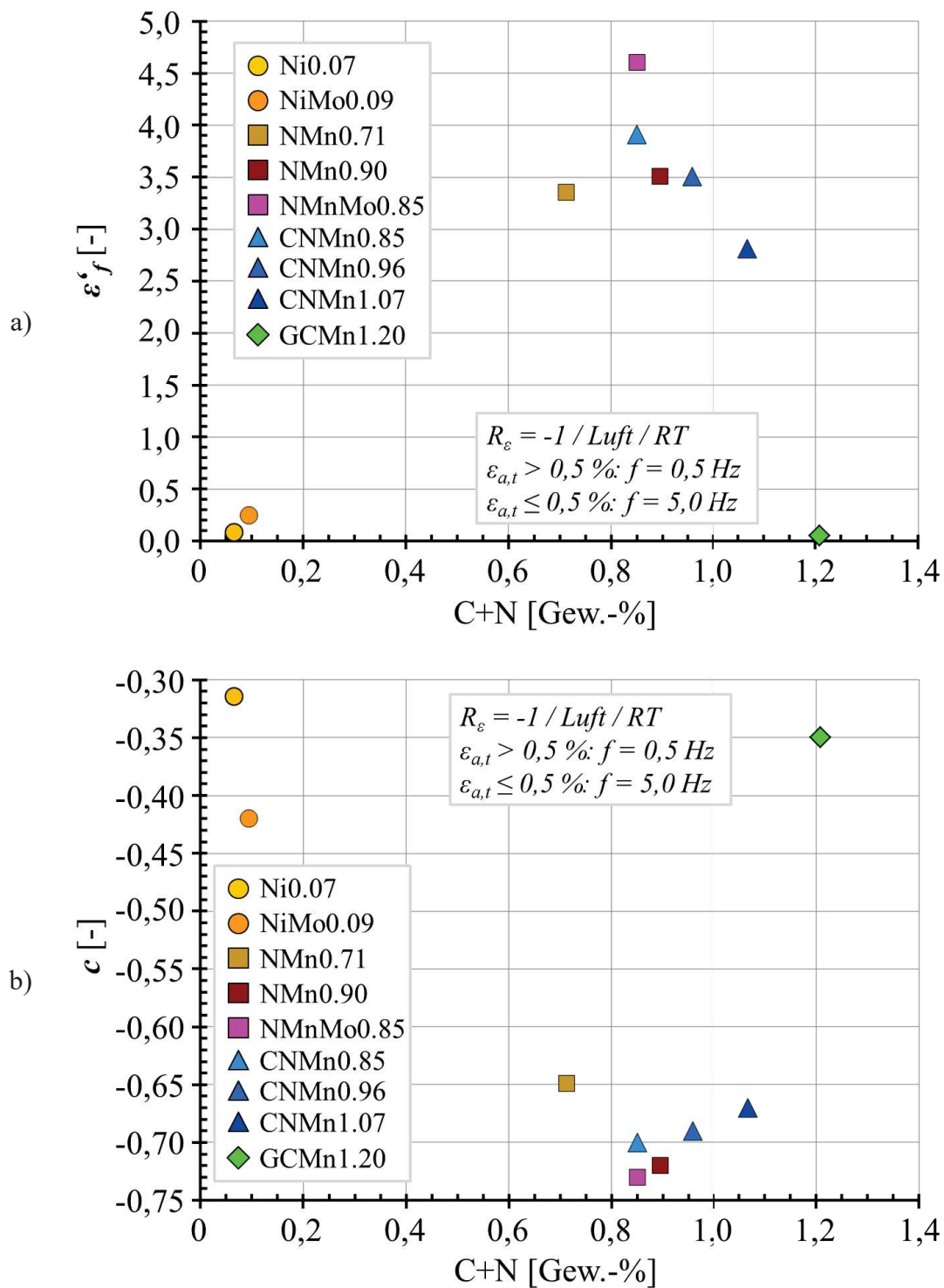
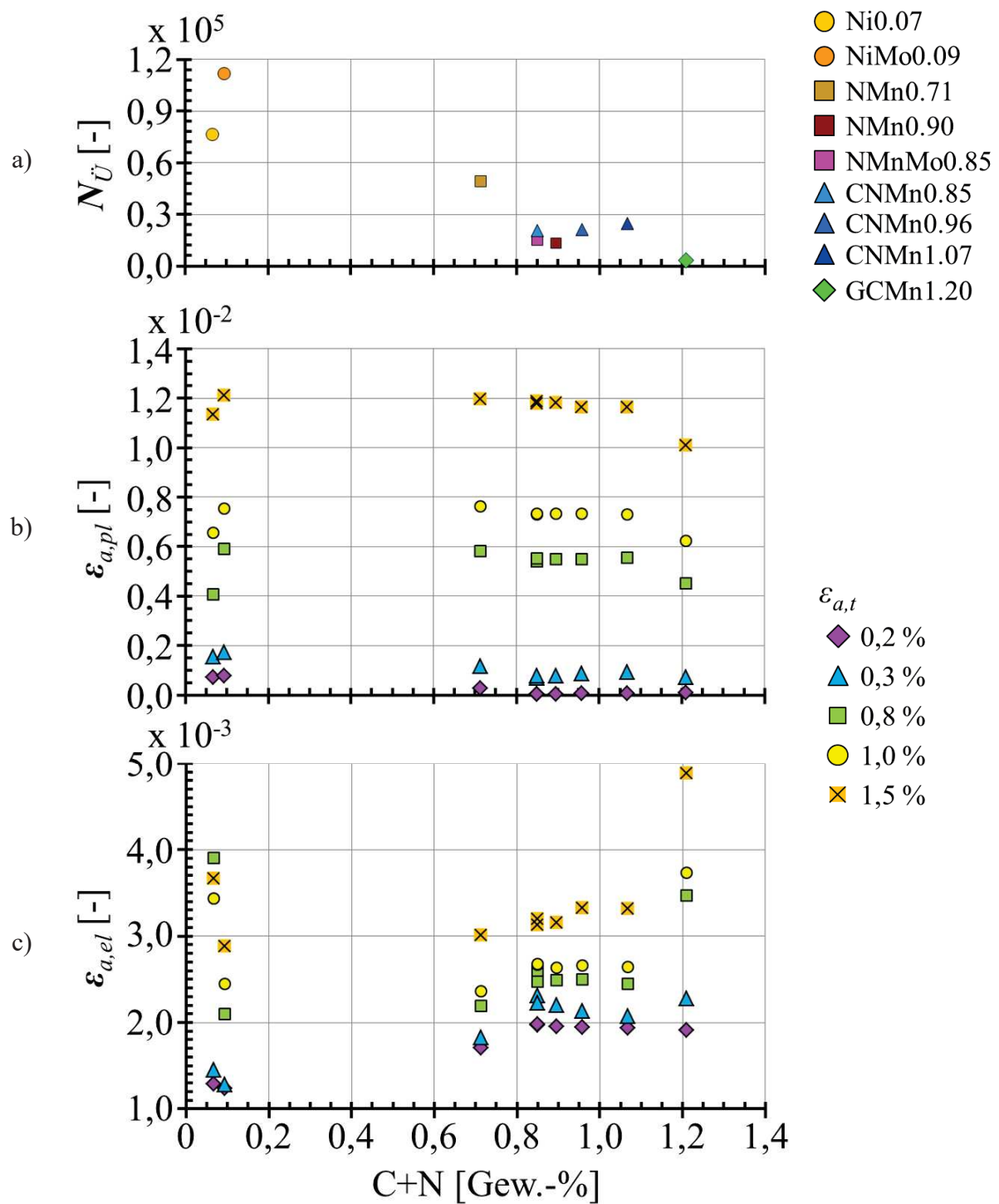


Abbildung 63: Coffin-Manson a) -Koeffizient und b) -Exponent nach [29, 30] über dem Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Elemente Kohlenstoff und Stickstoff



$$R_{\varepsilon} = -1 / f = 0,5 \text{ Hz bei } \varepsilon_{a,t} > 0,5\% \text{ \& } f = 5,0 \text{ Hz bei } \varepsilon_{a,t} \leq 0,5\% / \text{Luft} / \text{RT}$$

Abbildung 64: a) Übergangslastspielzahl, b) plastische Dehnungsamplitude und c) elastische Dehnungsamplitude über dem Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Legierungselemente der untersuchten Werkstoffe

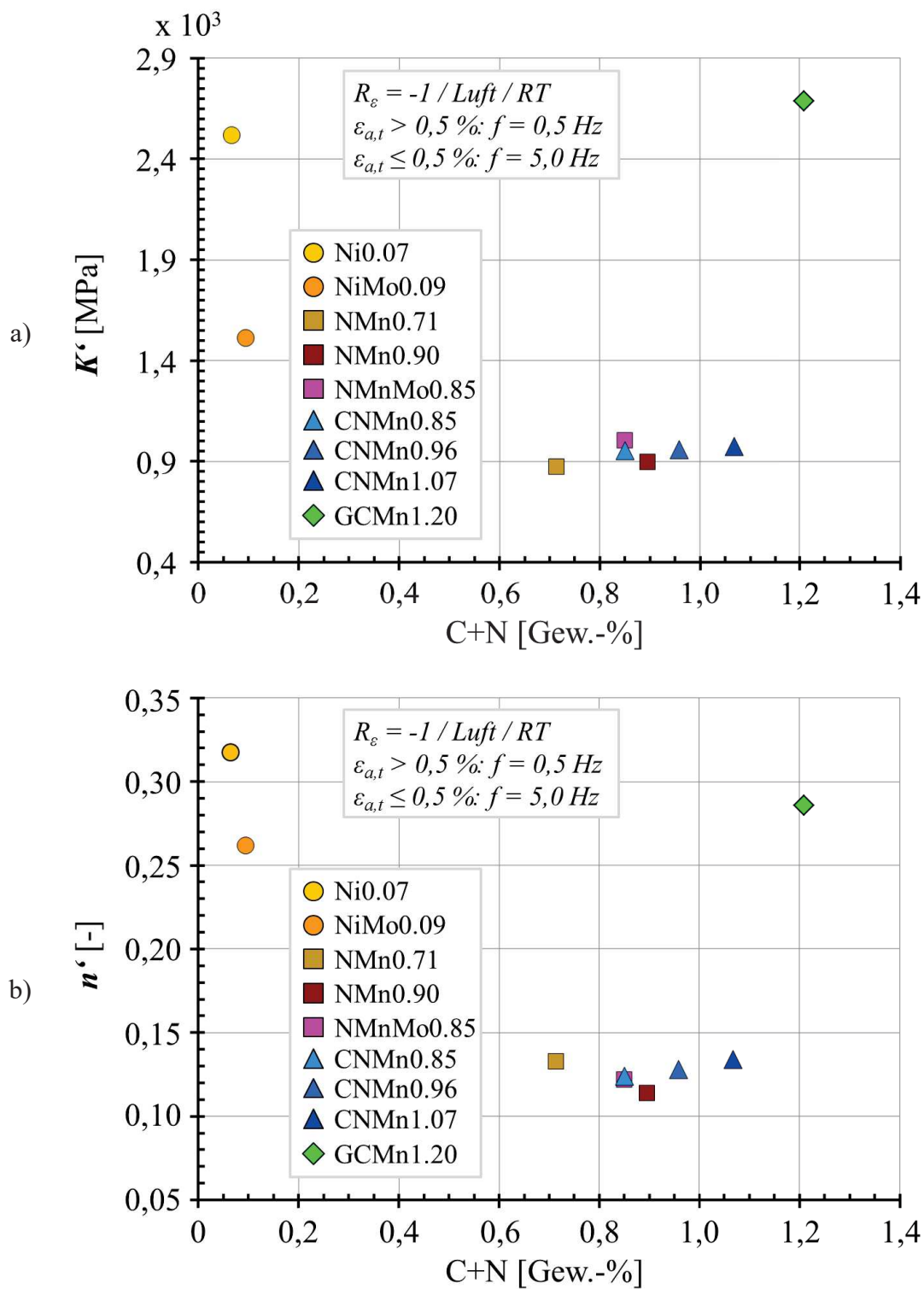


Abbildung 65: Verfestigungskoeffizient a) und–exponenten b) nach *Ramberg-Osgood* [31] über dem Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Elemente Kohlenstoff und Stickstoff

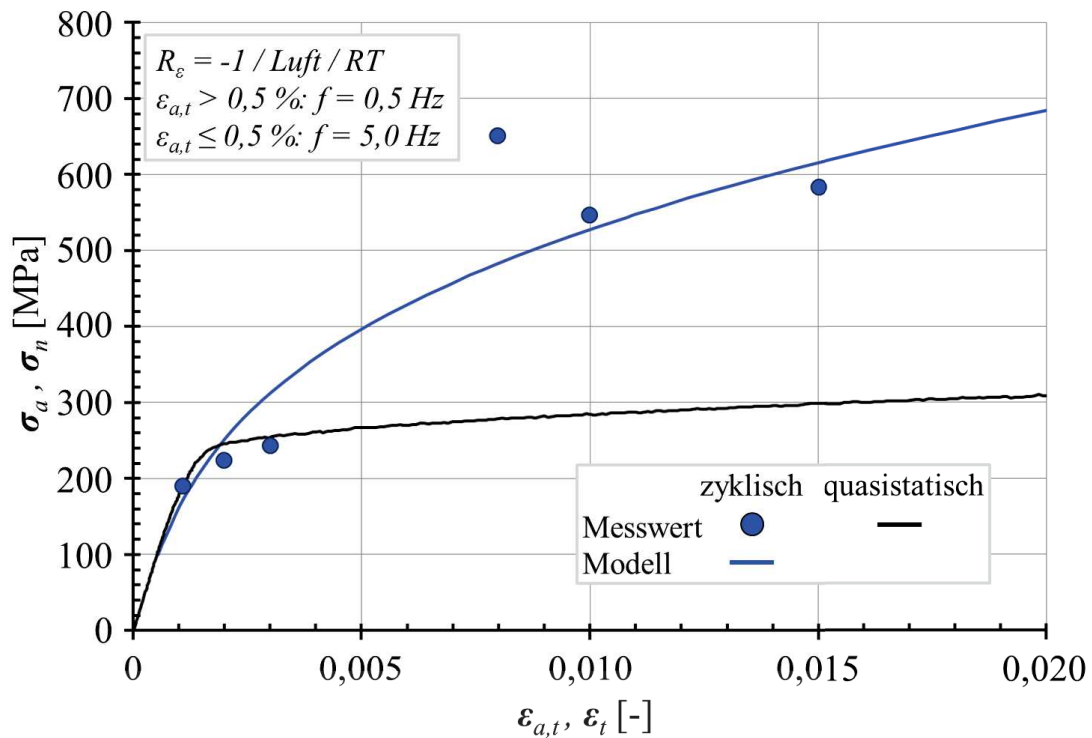


Abbildung 66: Ni0.07: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]

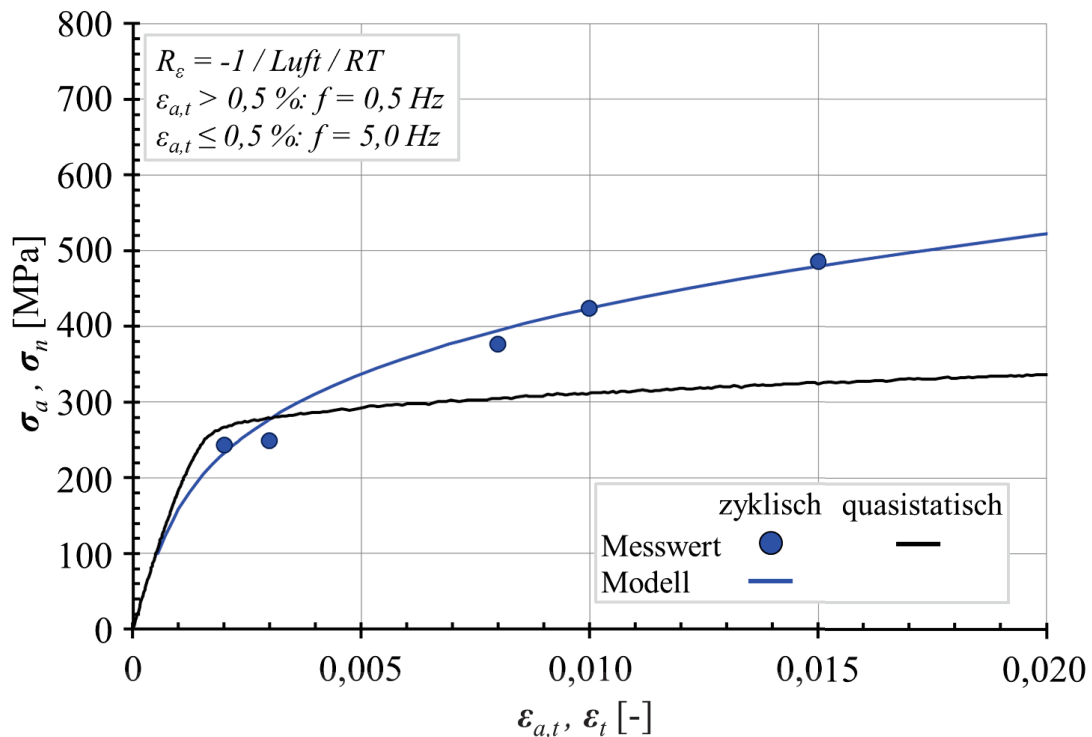
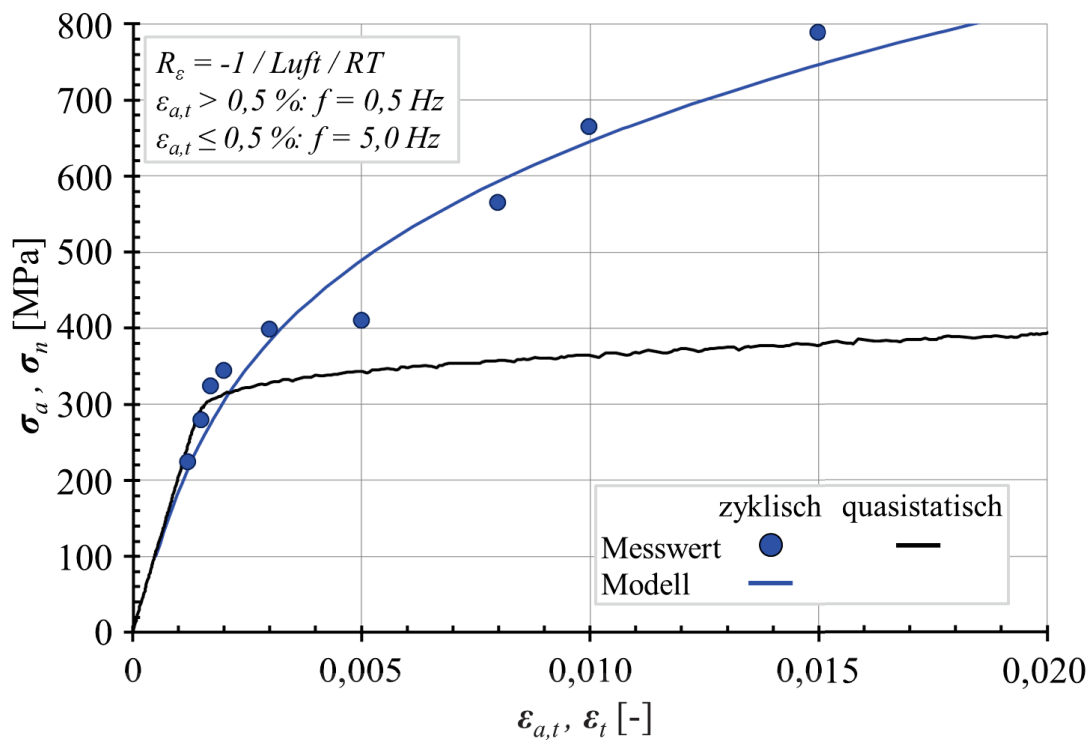
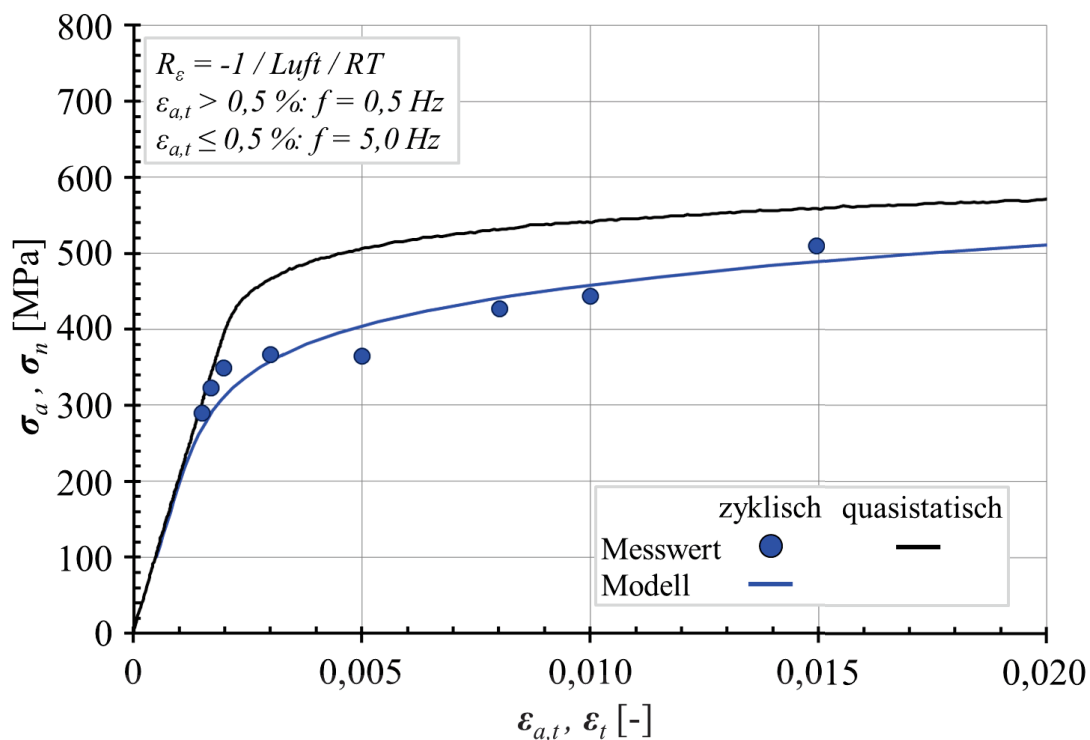


Abbildung 67: NiMo0.09: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]





**Abbildung 68: GCMn1.20: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]**



**Abbildung 69: NMn0.71: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]**

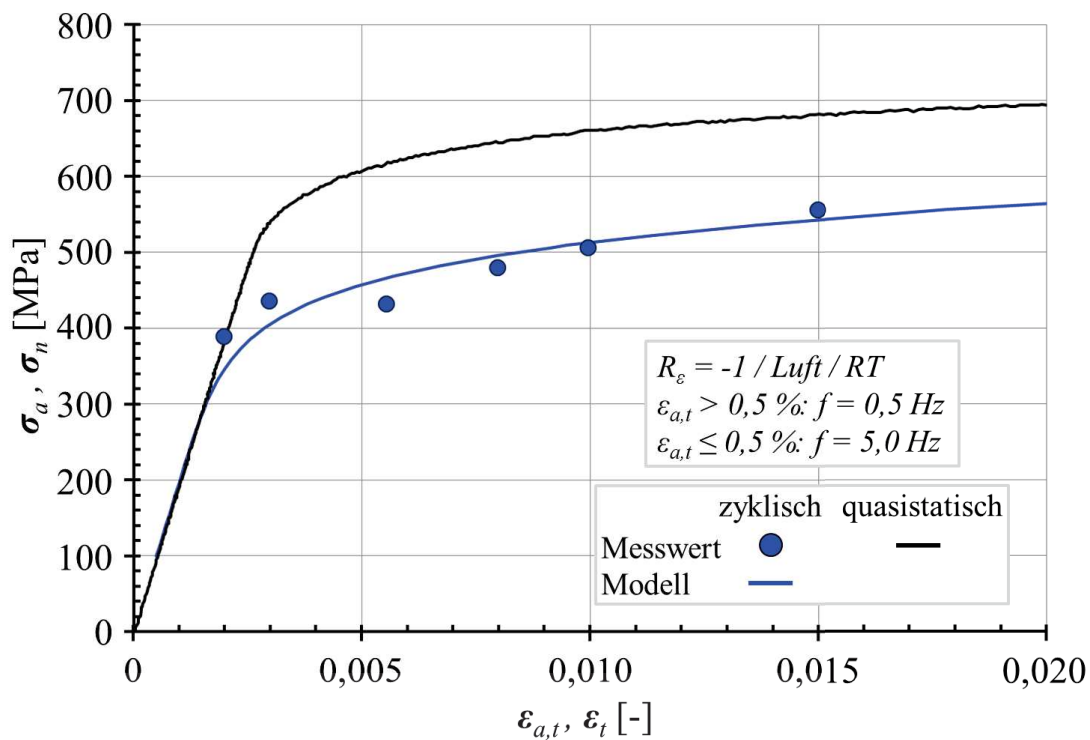


Abbildung 70: NMn0.90: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]

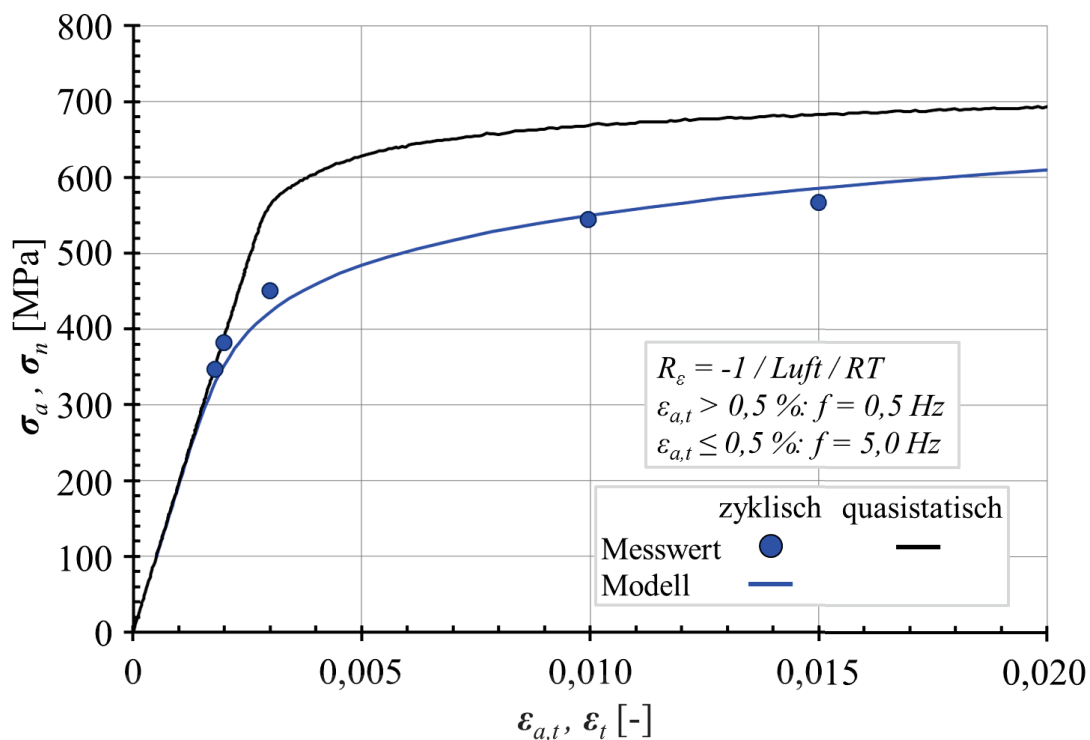


Abbildung 71: NMnMo0.85: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]

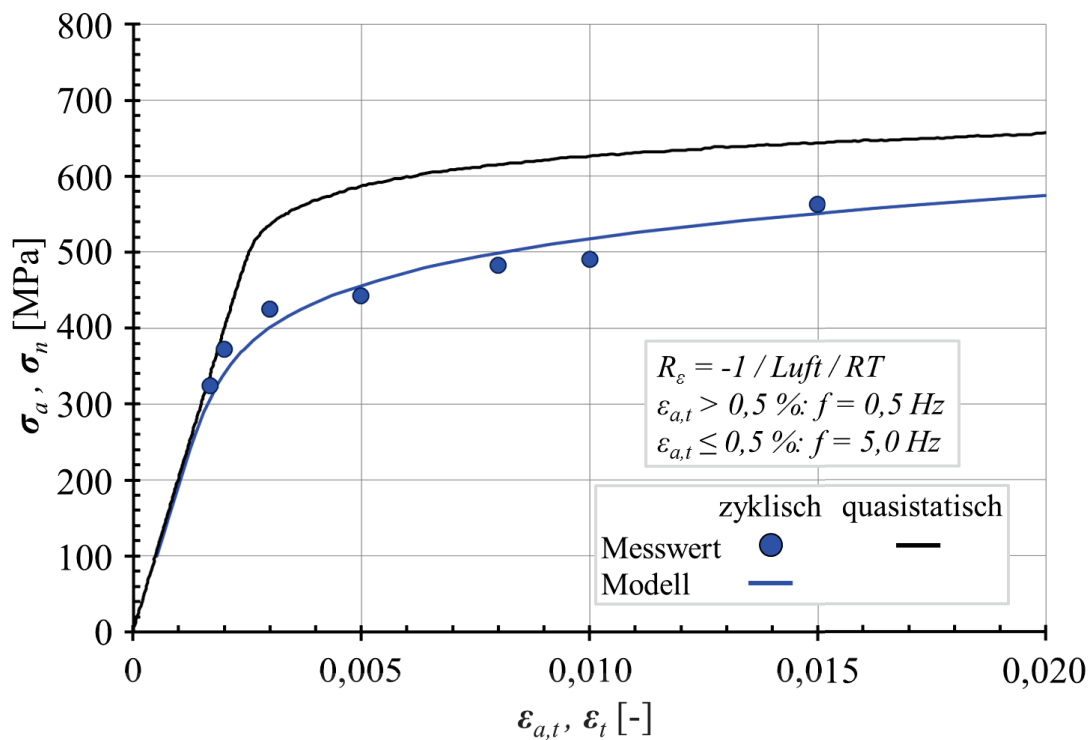


Abbildung 72: CNMn0.85: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]

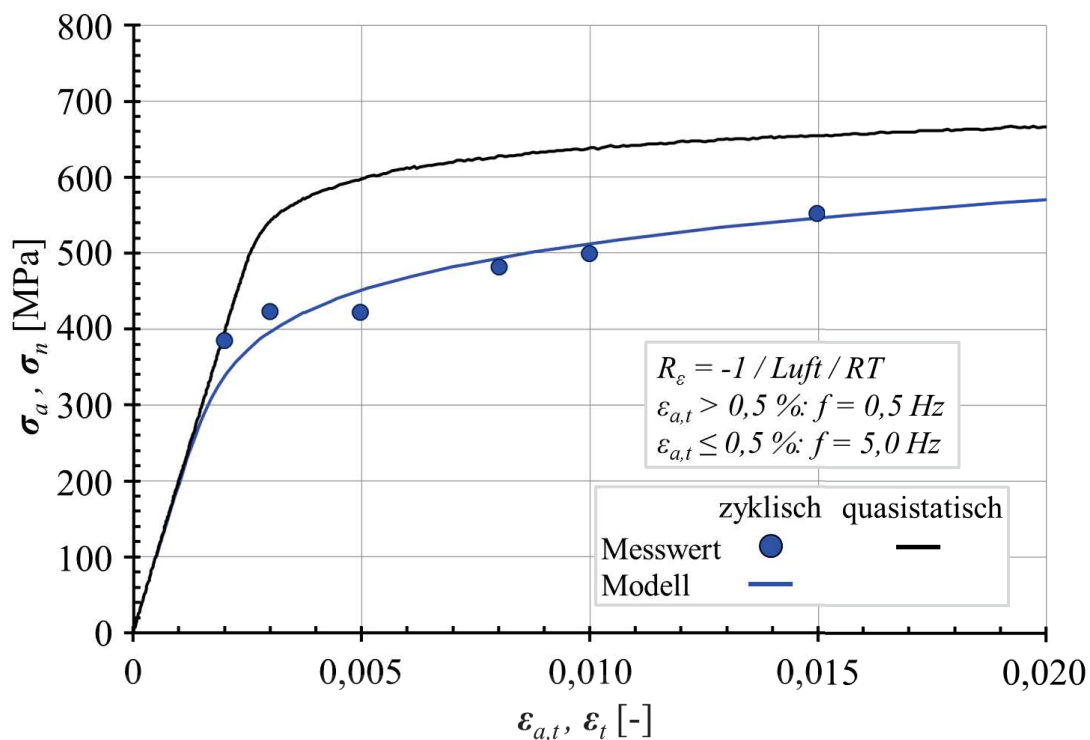
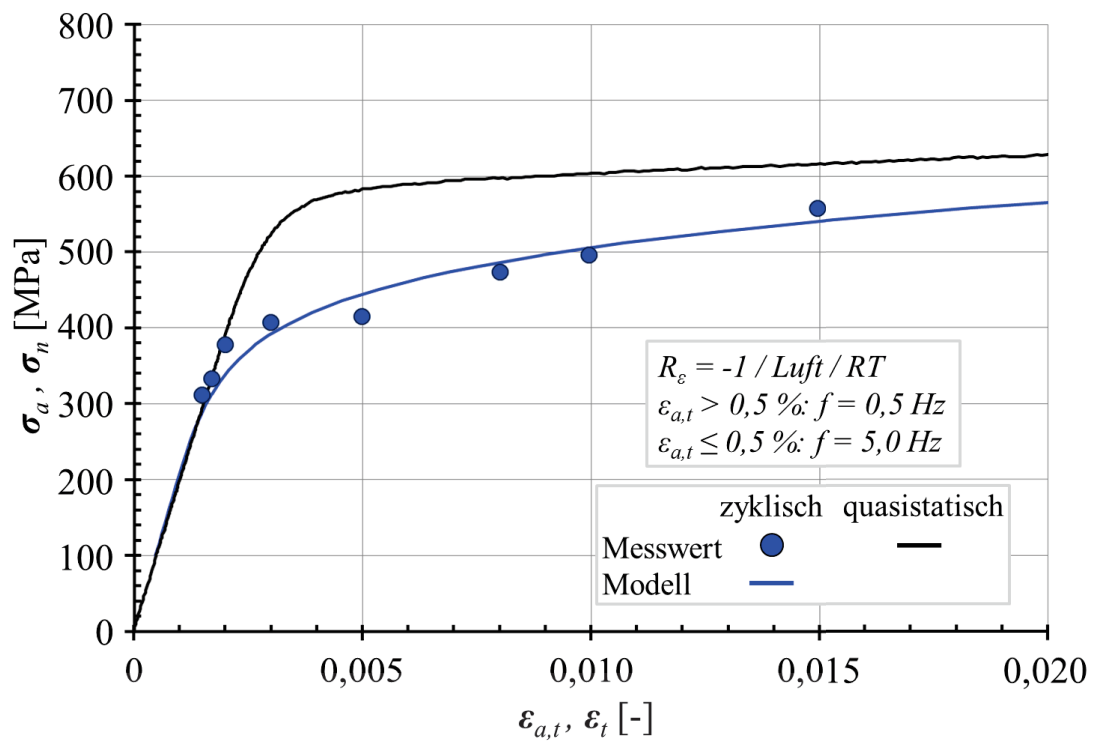
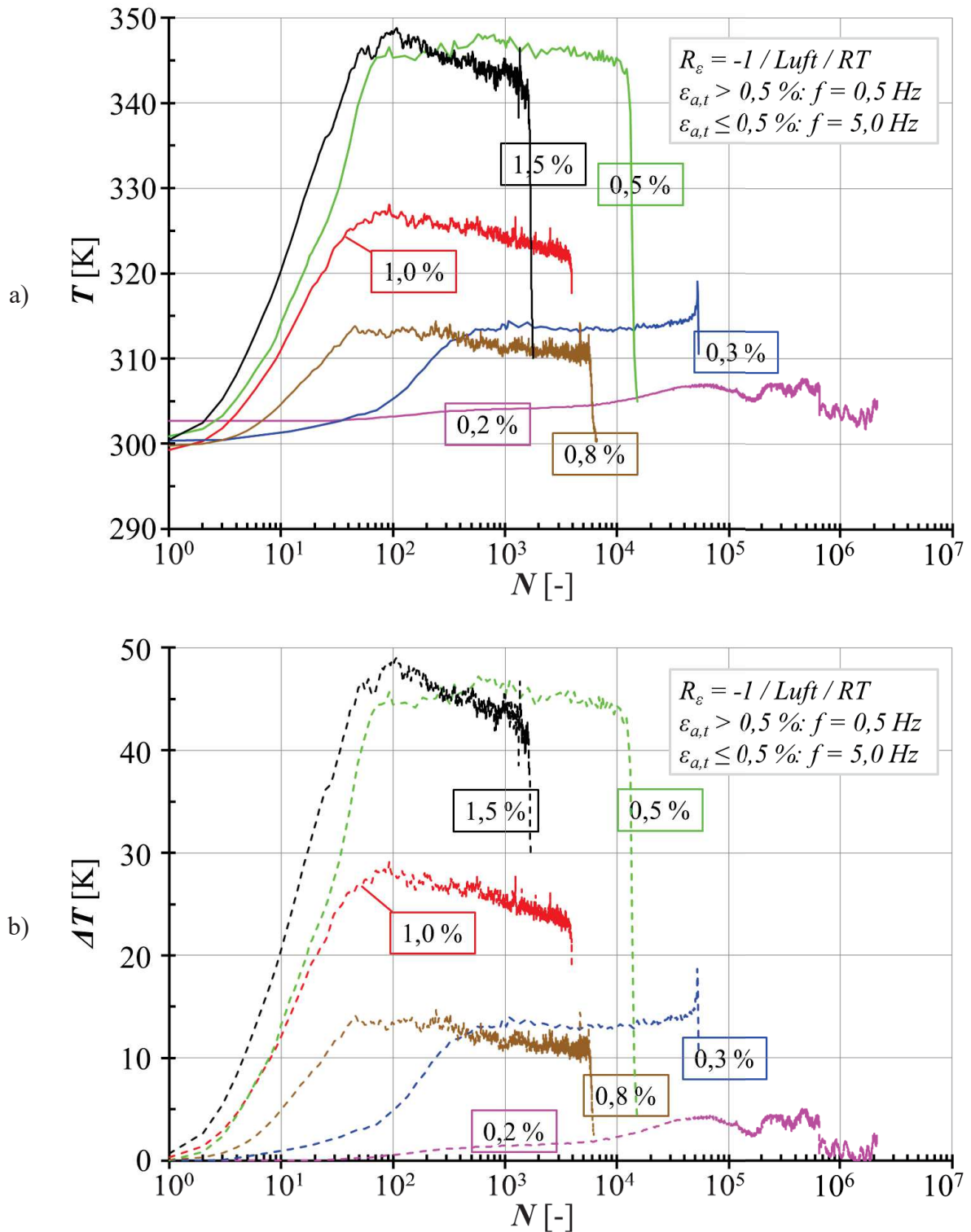


Abbildung 73: CNMn0.96: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]



**Abbildung 74: CNMn1.07: Darstellung der zyklischen Spannung-Dehnung-Kurve approximiert durch das *Ramberg-Osgood* Modell [31] im Vergleich zur technischen Spannung-Dehnung-Kurve aus dem Zugversuch in Anlehnung an [52]**



**Abbildung 75:** Entwicklung der a) absoluten Temperatur und b) Temperaturdifferenz im Messbereich der Kegelkopfproben am Beispiel des CNMn0.96

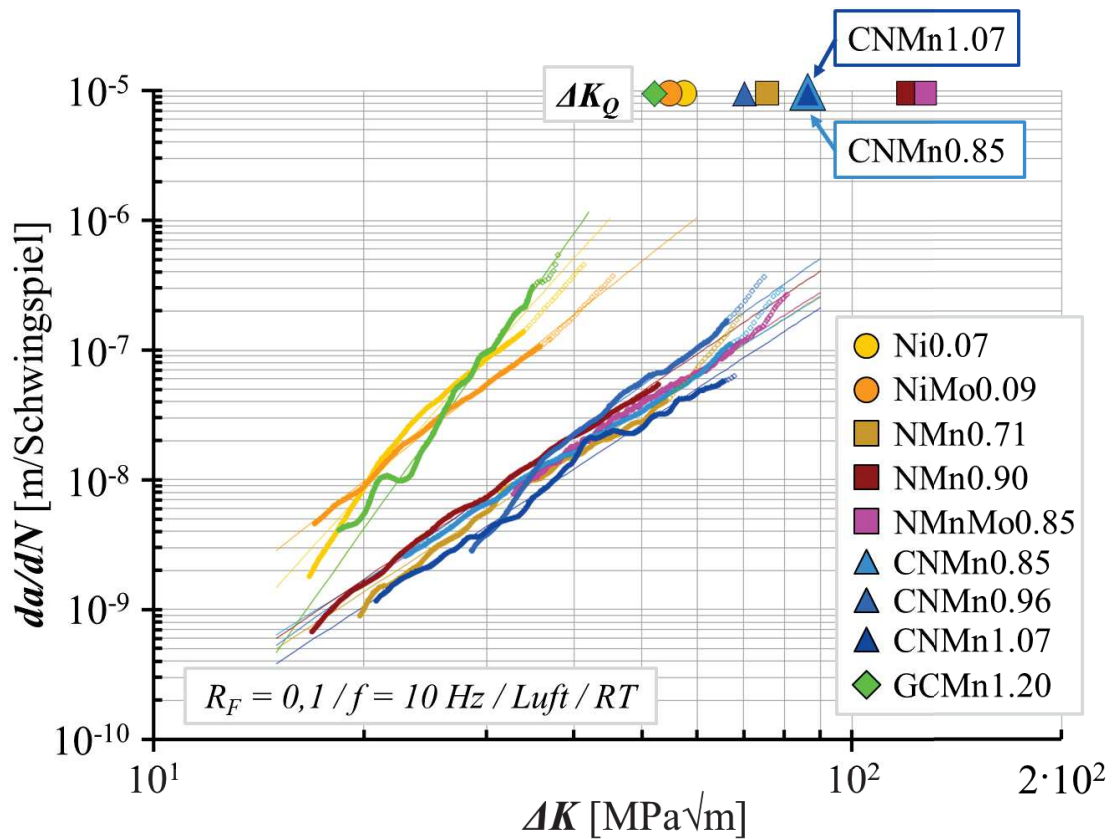


Abbildung 76: Vergleich der  $da/dN - \Delta K$ -Kurven und  $\Delta K_Q$ -Werte der untersuchten Werkstoffe sowie die angepassten Fitfunktionen nach *Paris-Erdogan* [47]

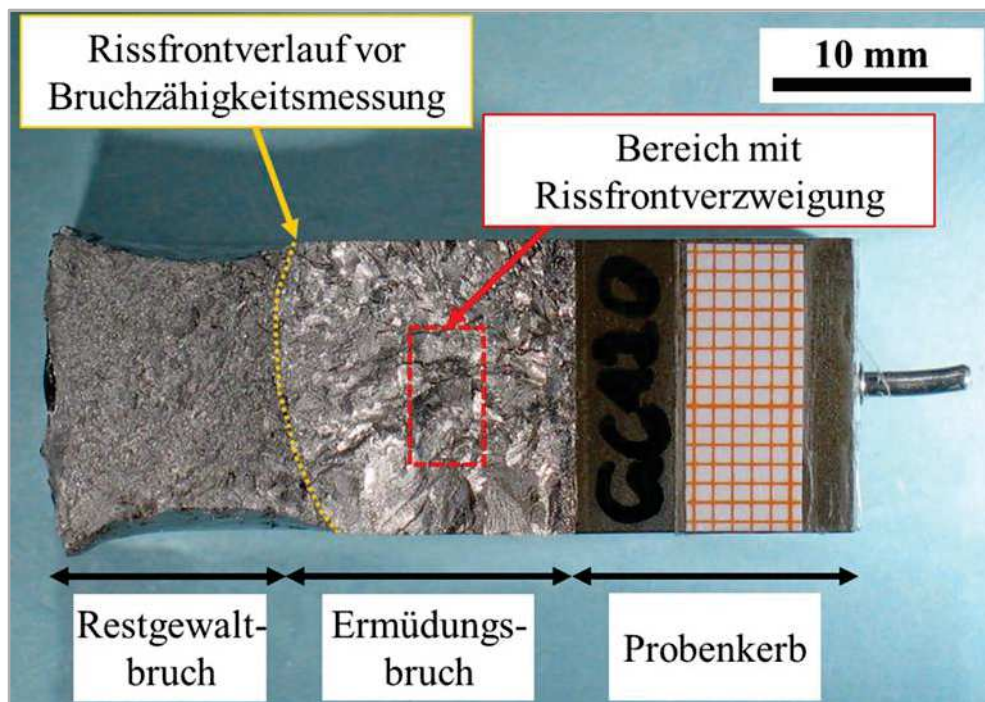


Abbildung 77: Aufsicht auf die Bruchfläche der GCMn1.20-Probe



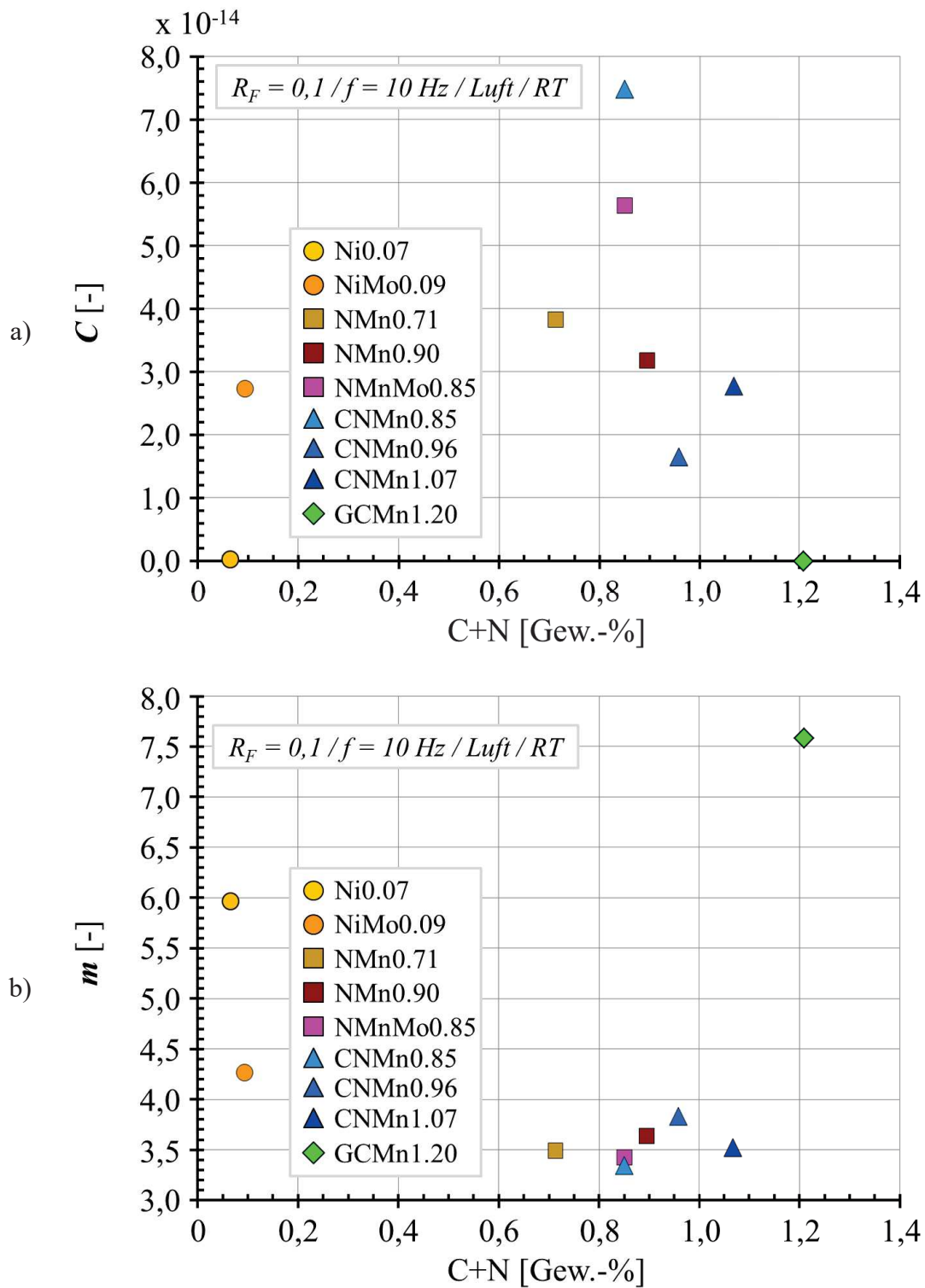


Abbildung 78: *Paris-Erdogan* a) -Koeffizienten und b) -Exponenten nach [47] über dem Gesamtlegierungsanteil der interstitiellen Elemente Kohlenstoff und Stickstoff

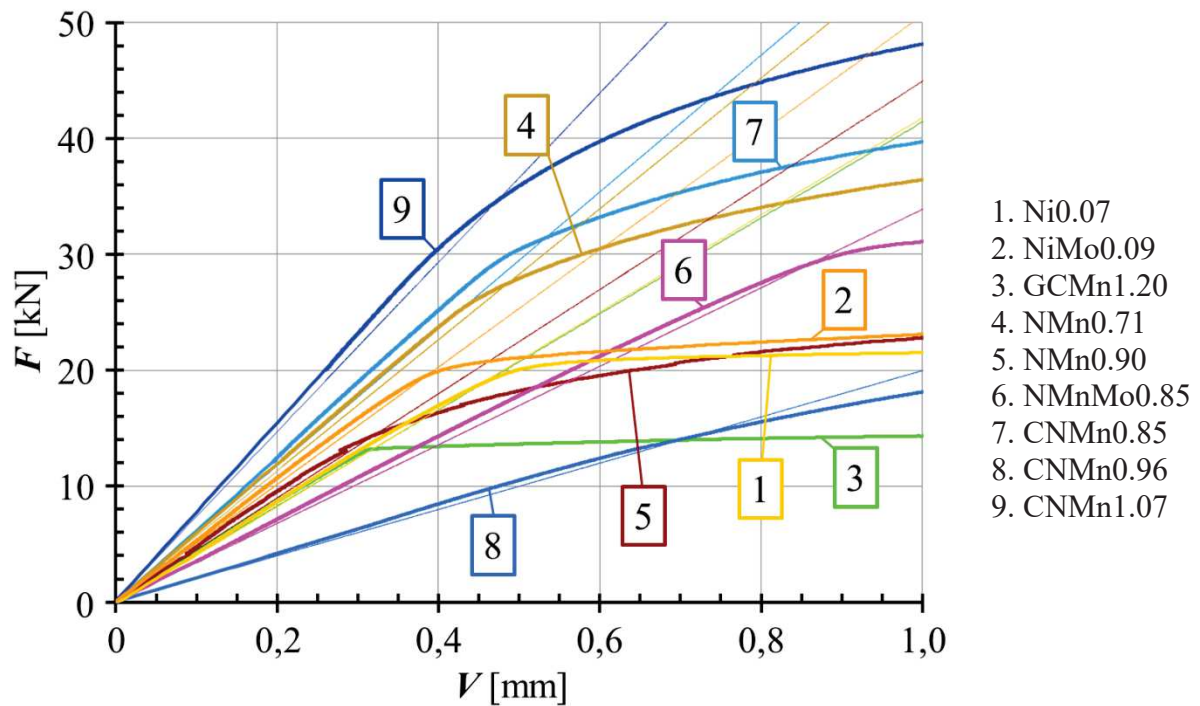


Abbildung 79: Kraft-Verschiebung-Kurven der untersuchten Werkstoffe zur Ermittlung der Kraft  $F_Q$  nach [53] bzw.  $P_Q$  nach [44]

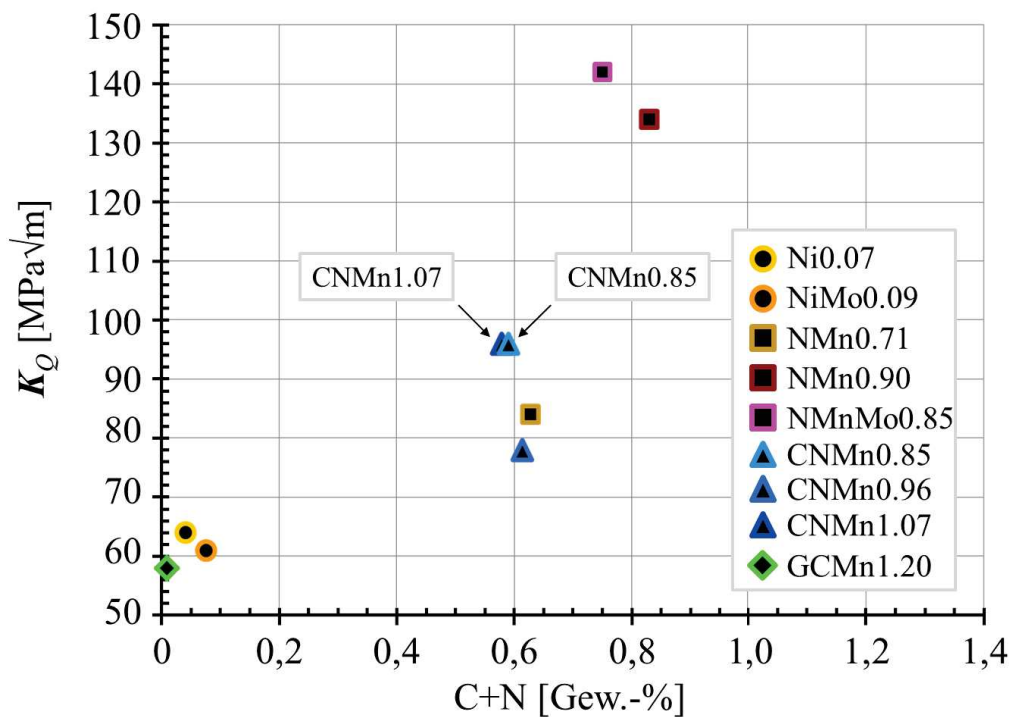


Abbildung 80: Vorläufige Spannungsintensität  $K_Q$  der untersuchten Werkstoffe über dem Gesamtlegierungsanteil des Stickstoffes

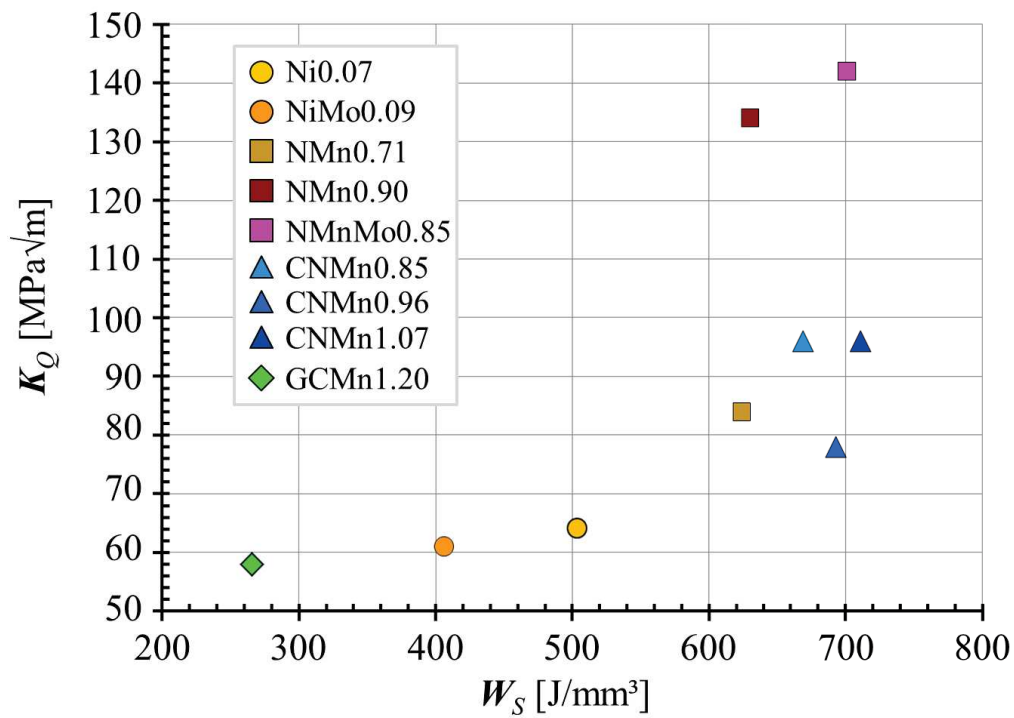


Abbildung 81: Vorläufigen Spannungsintensität  $K_Q$  der untersuchten Werkstoffe über deren spezifischer Bruchenergie  $W_S$  aus dem Zugversuch

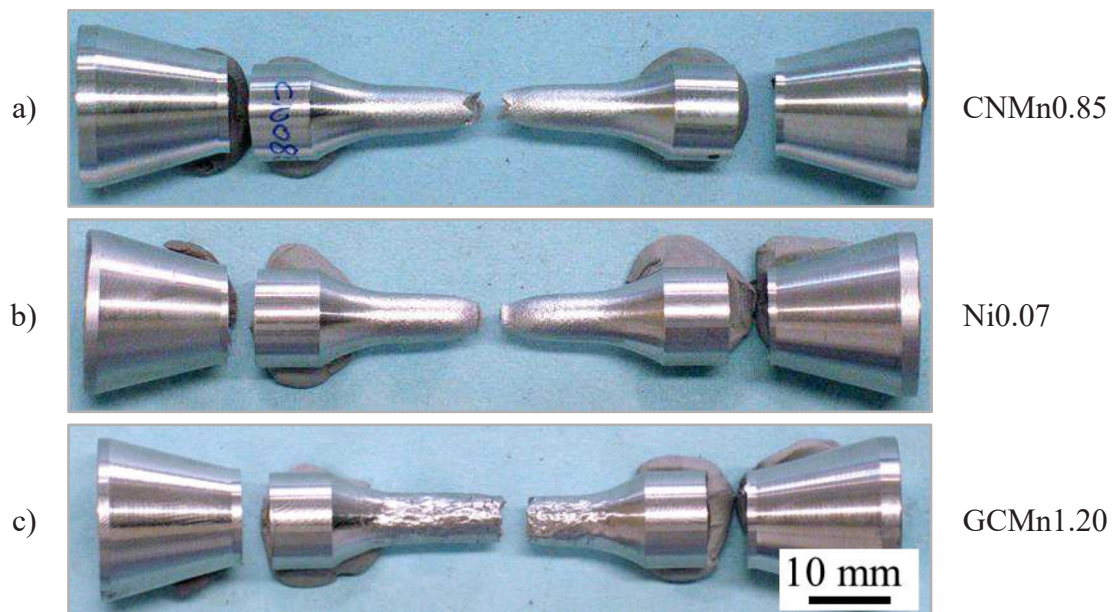
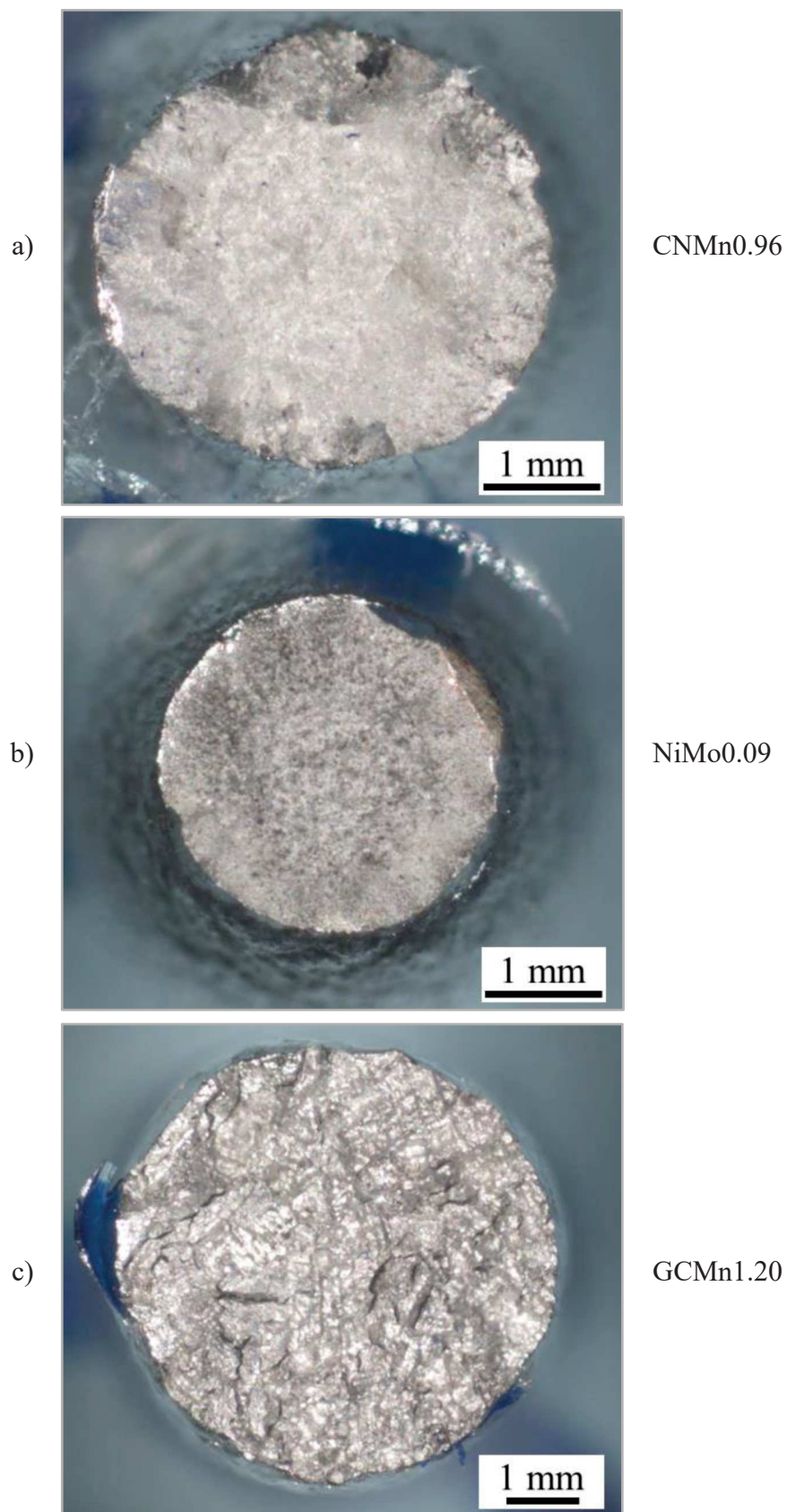
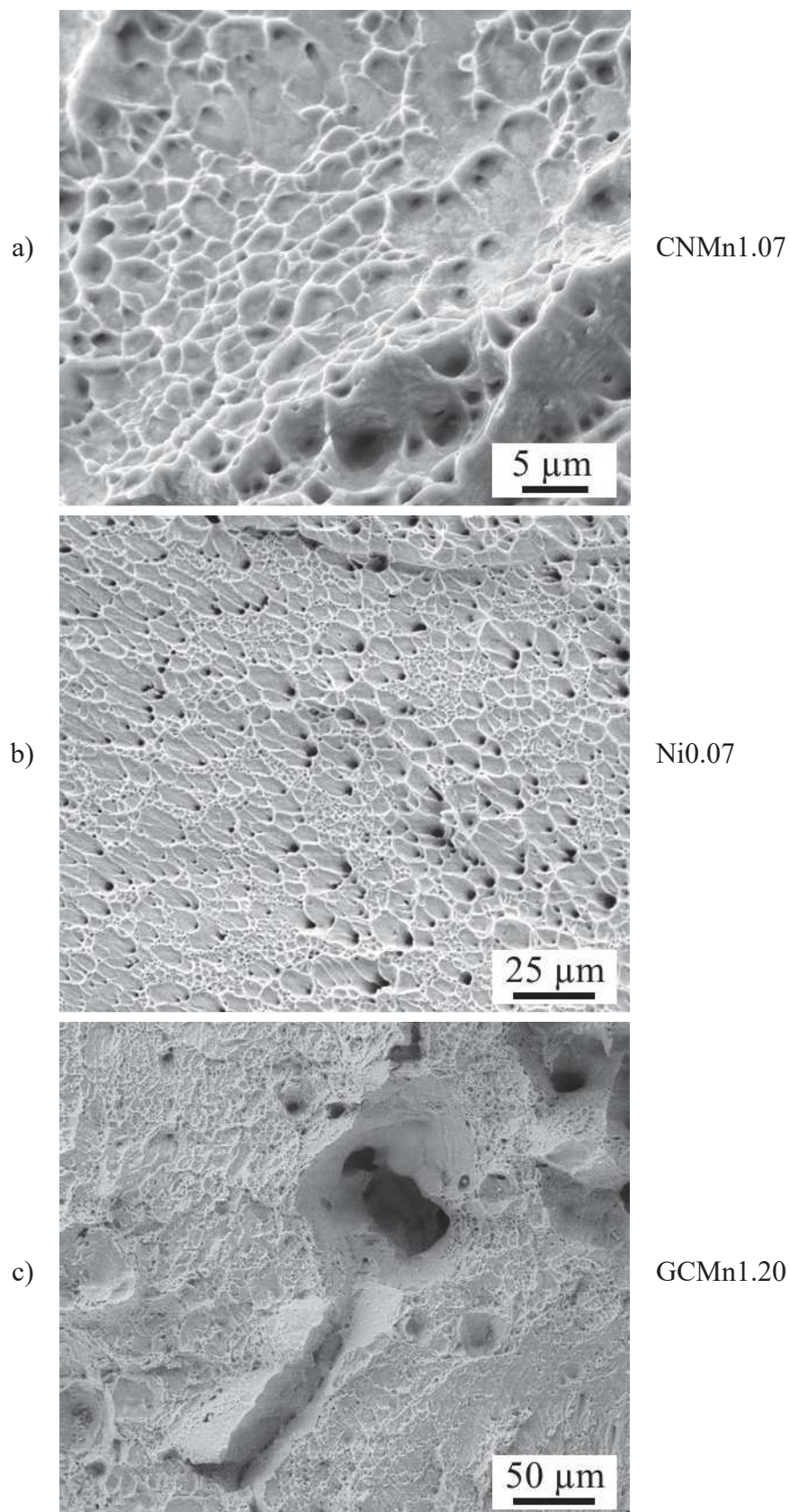


Abbildung 82: Seitenansicht ausgewählter Proben nach durchgeführtem Zugversuch



**Abbildung 83: Makroskopische Aufnahmen ausgewählter Bruchflächen nach dem Zugversuch**





**Abbildung 84: Sekundärelektronenaufnahmen ausgewählter Bruchflächen nach dem Zugversuch bei 20 kV Beschleunigungsspannung**

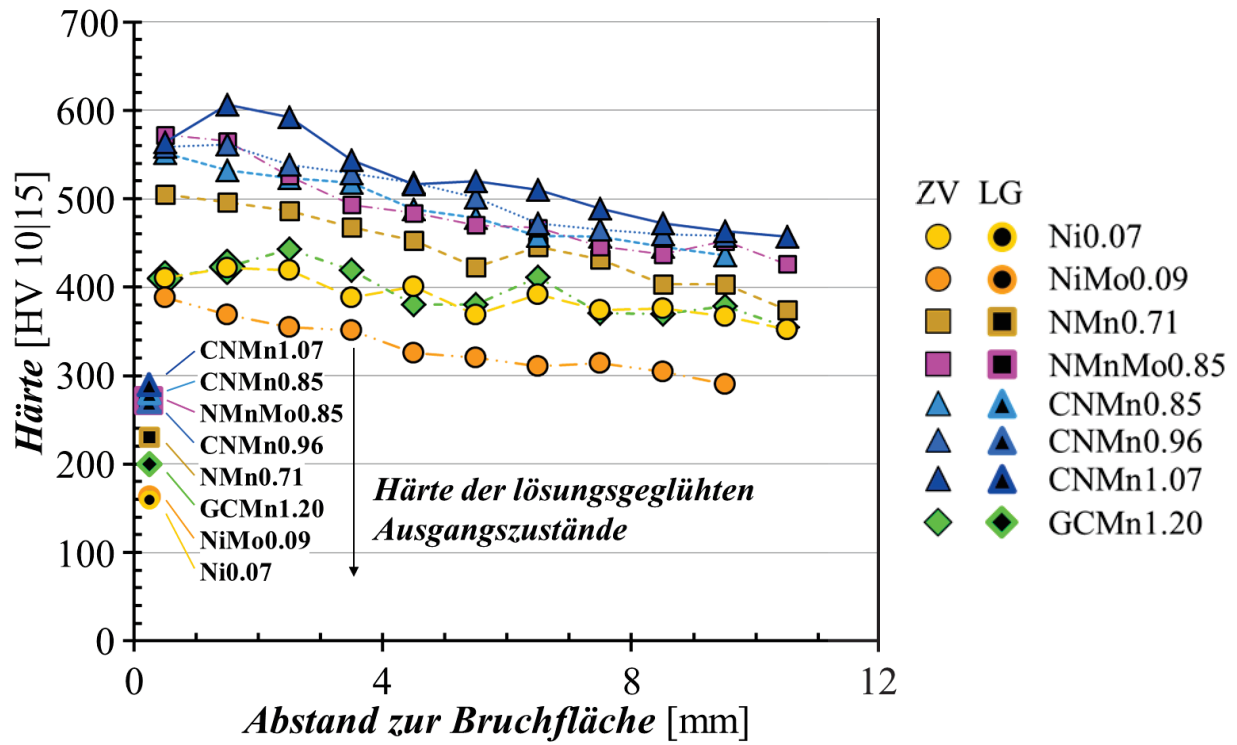
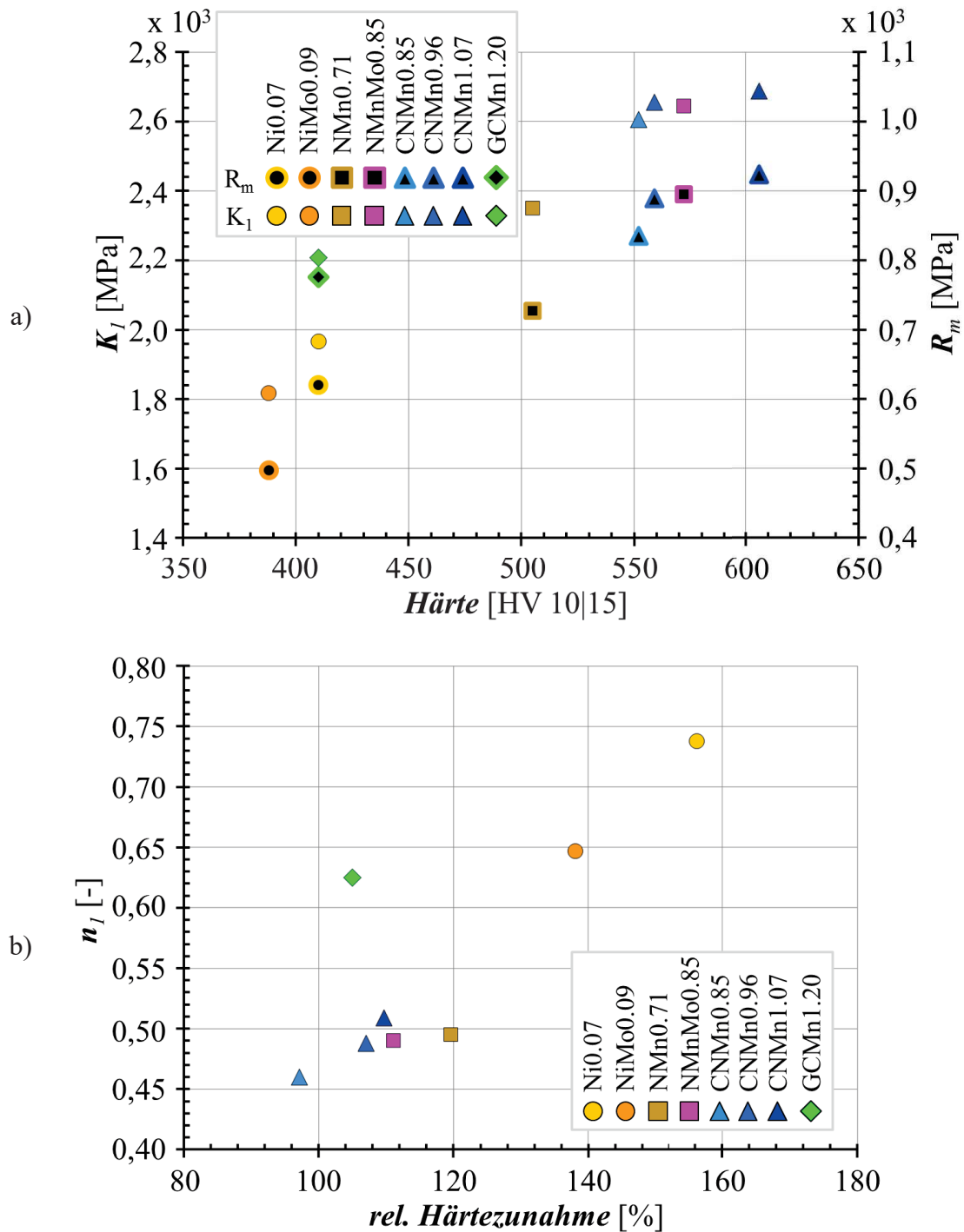


Abbildung 85: Härteprofile ausgehend von der Bruchfläche in Richtung Kegelkopf nach durchgeführtem Zugversuch





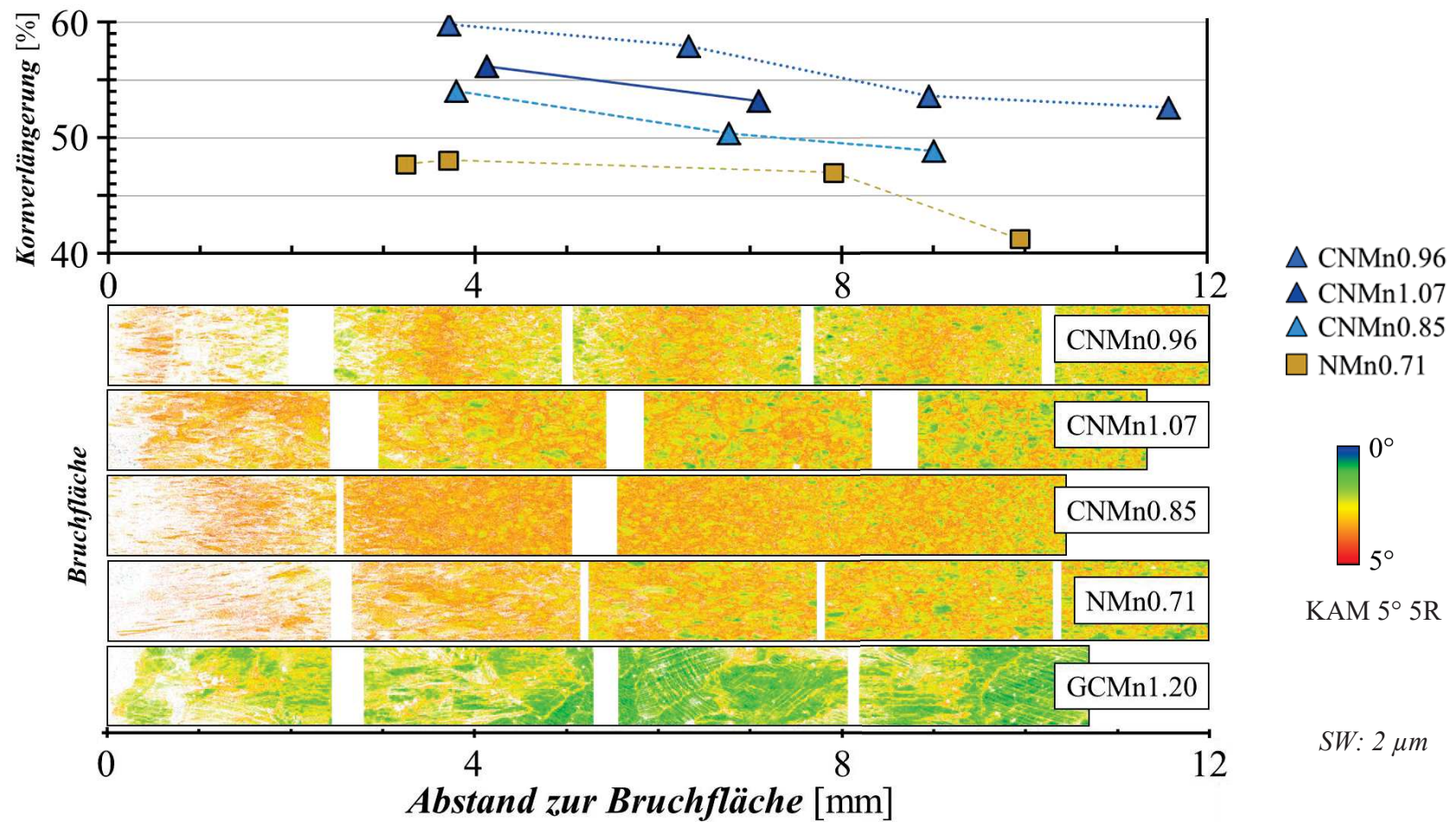
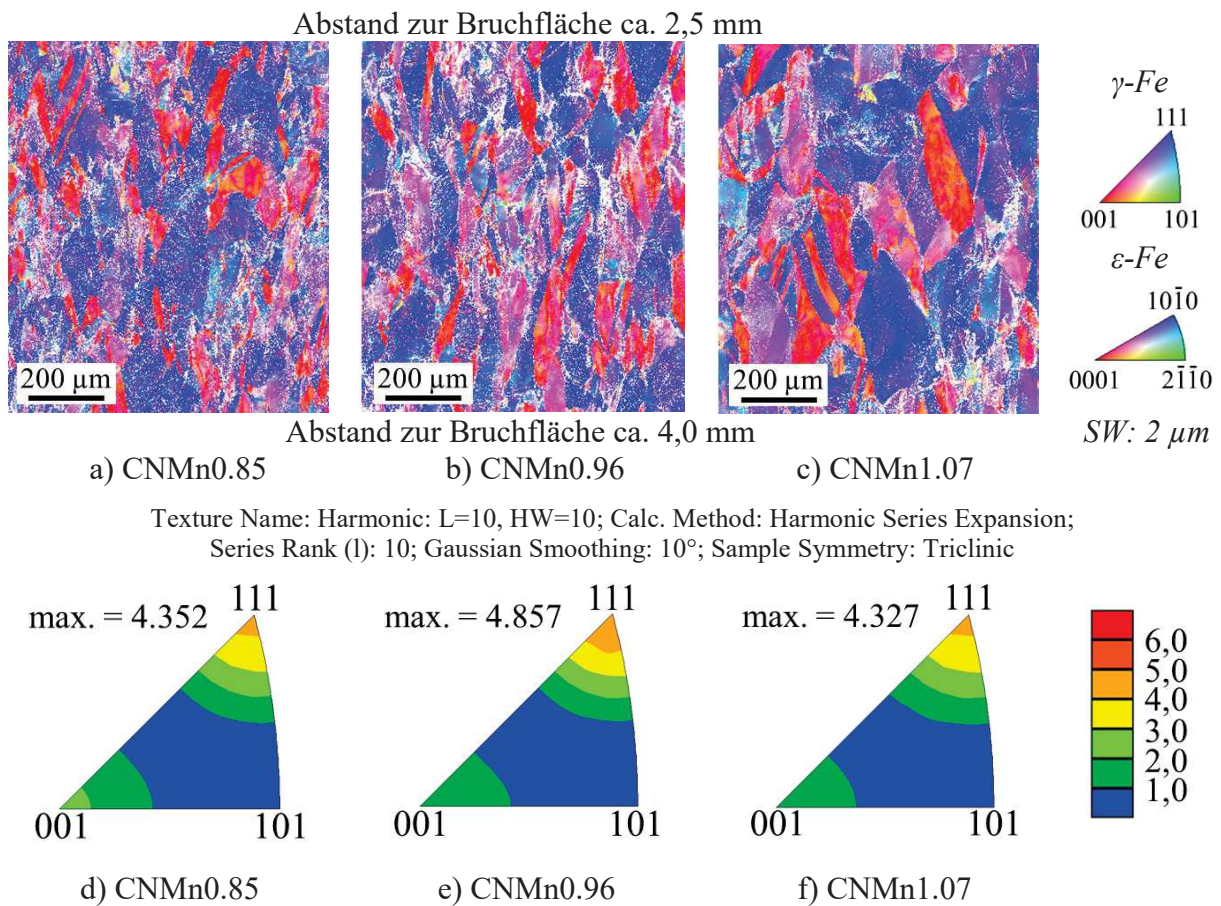
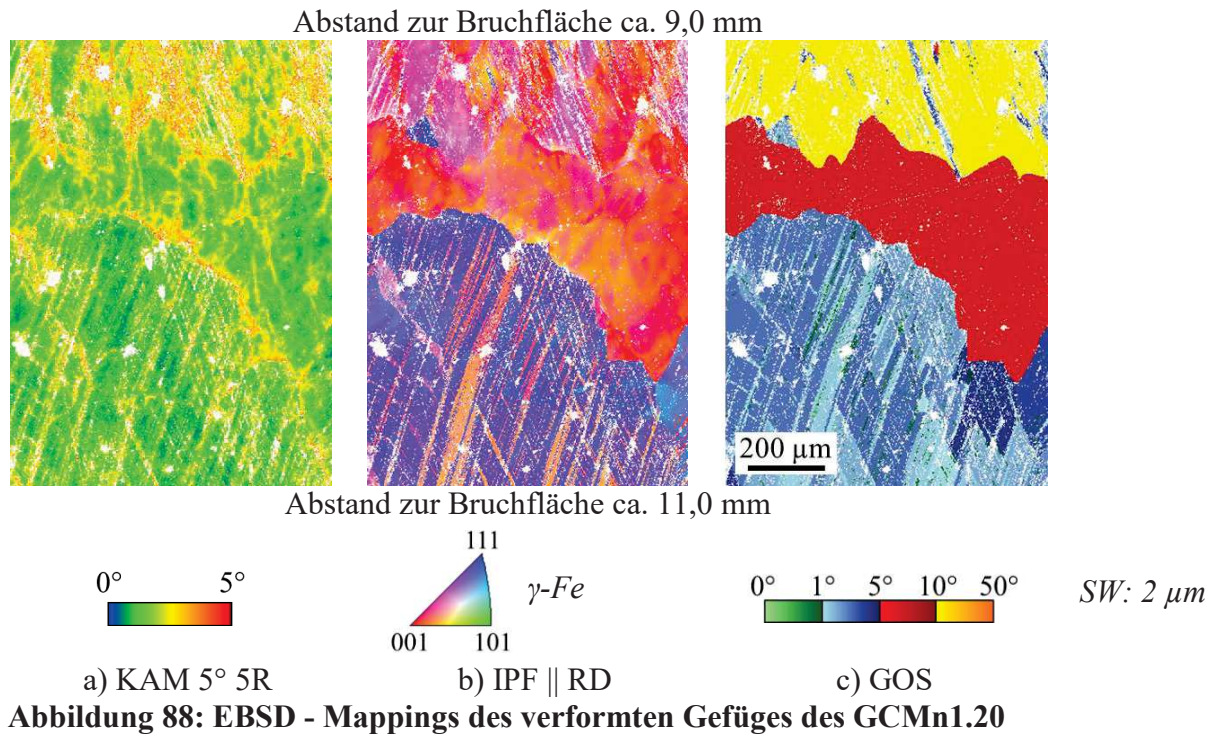
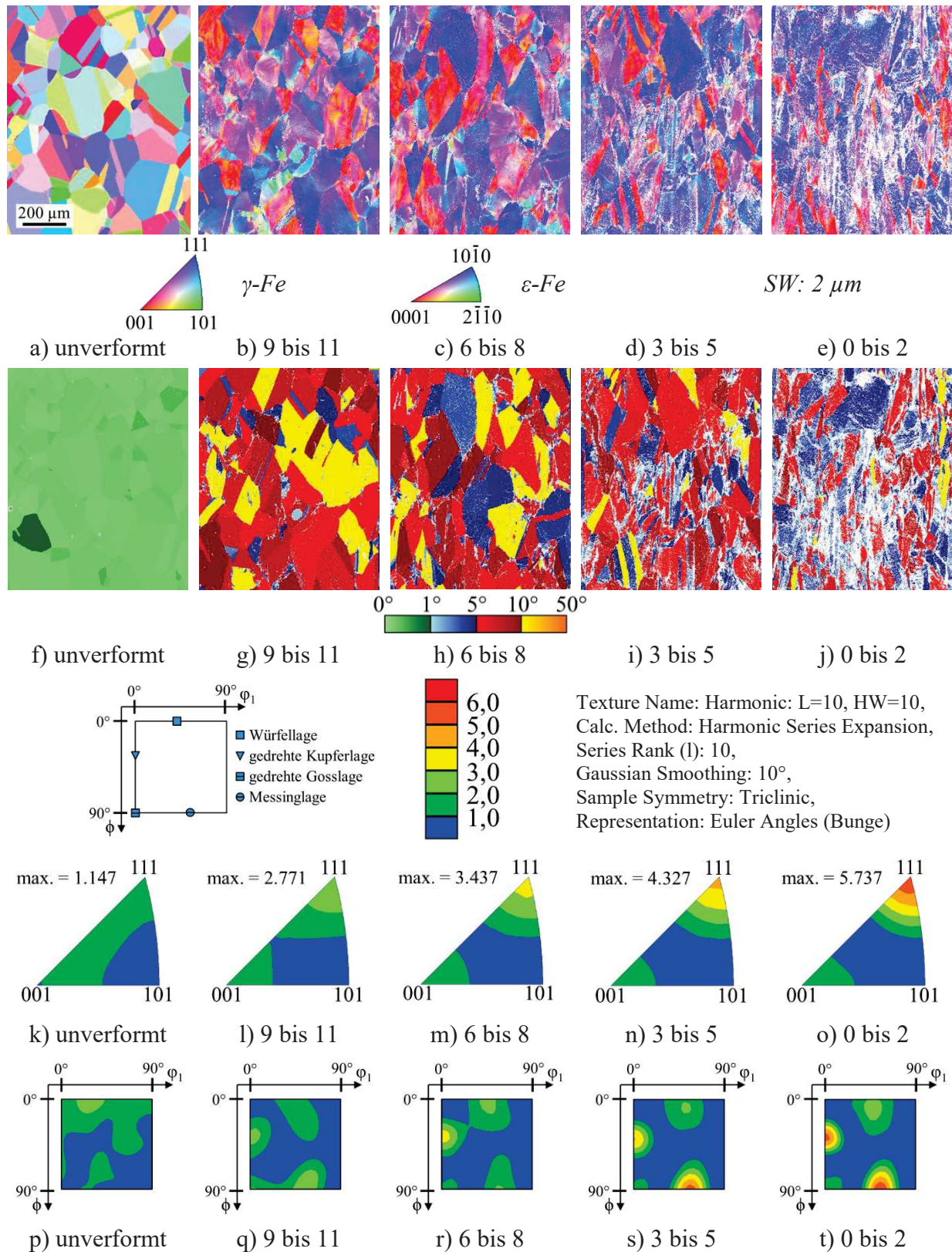


Abbildung 87: Mittels Linienschnittverfahren nach [56] gemessene mittlere Kornverlängerung im während des Zugversuches verformtem Probenbereich mit dazugehöriger Darstellung der Kernel Average Misorientation (KAM) über dem Abstand zur Bruchfläche

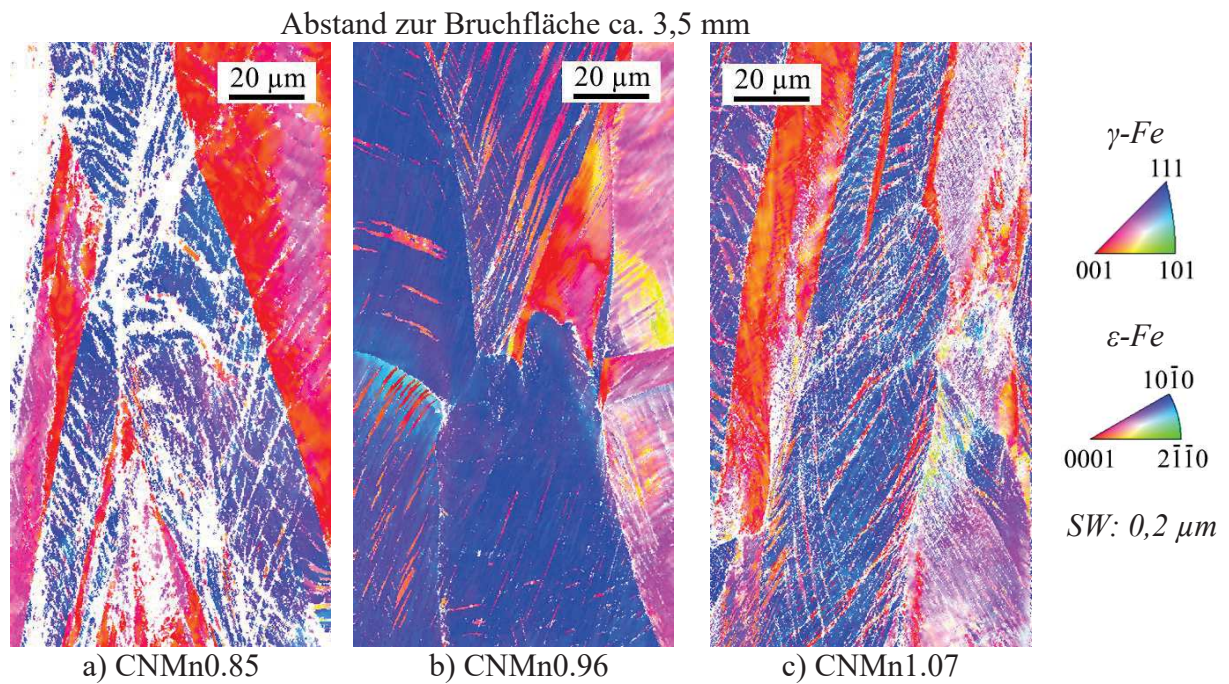


**Abbildung 89: a), b), c) IPF || RD – Mappings und d), e), f) inverse Polfiguren parallel zur Verformungsachse der Zugproben der CarNit-Stähle**

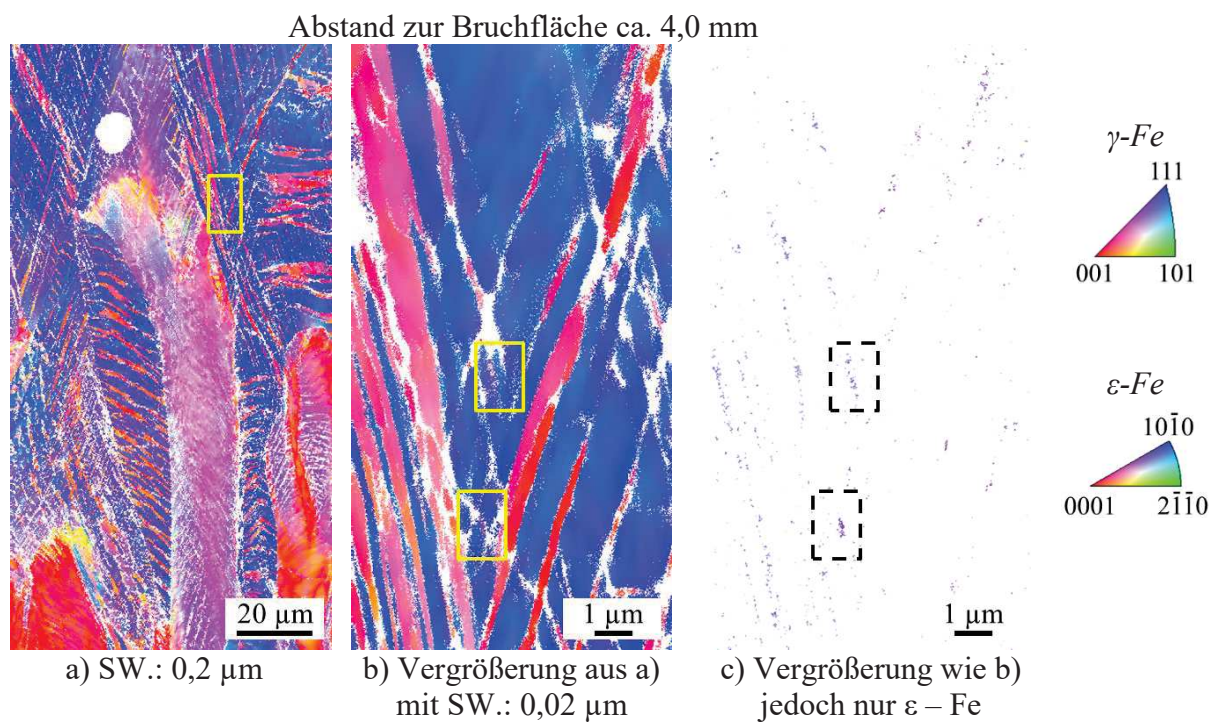




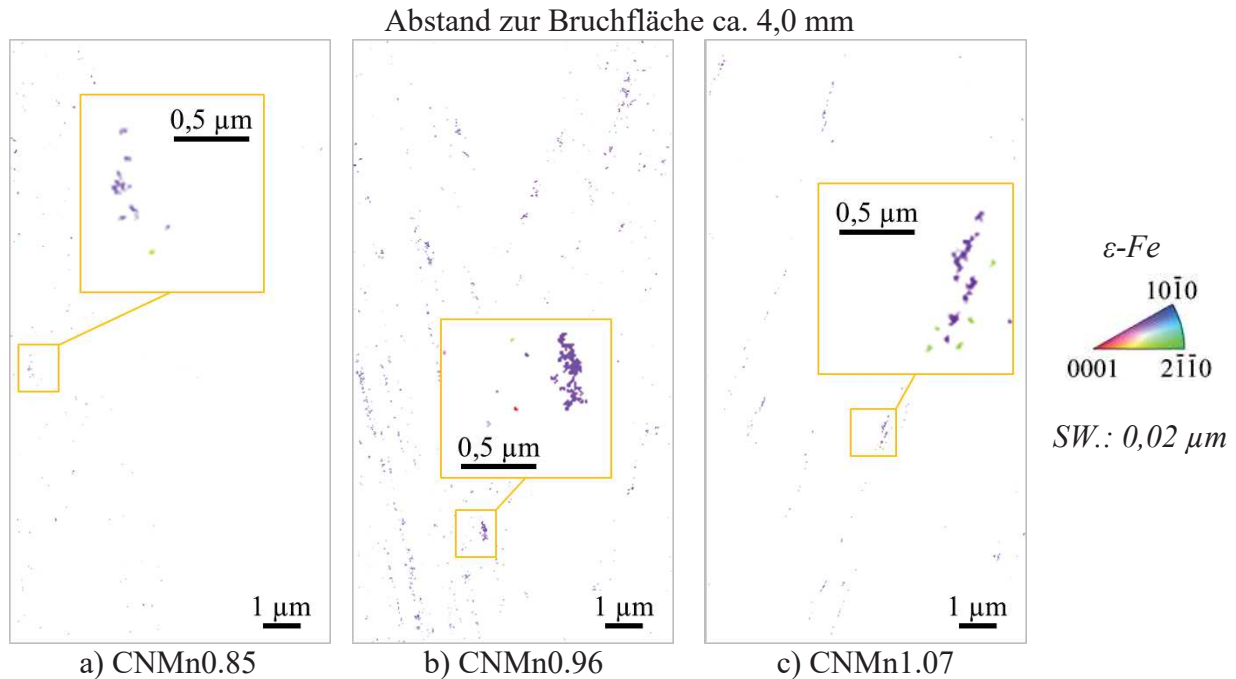




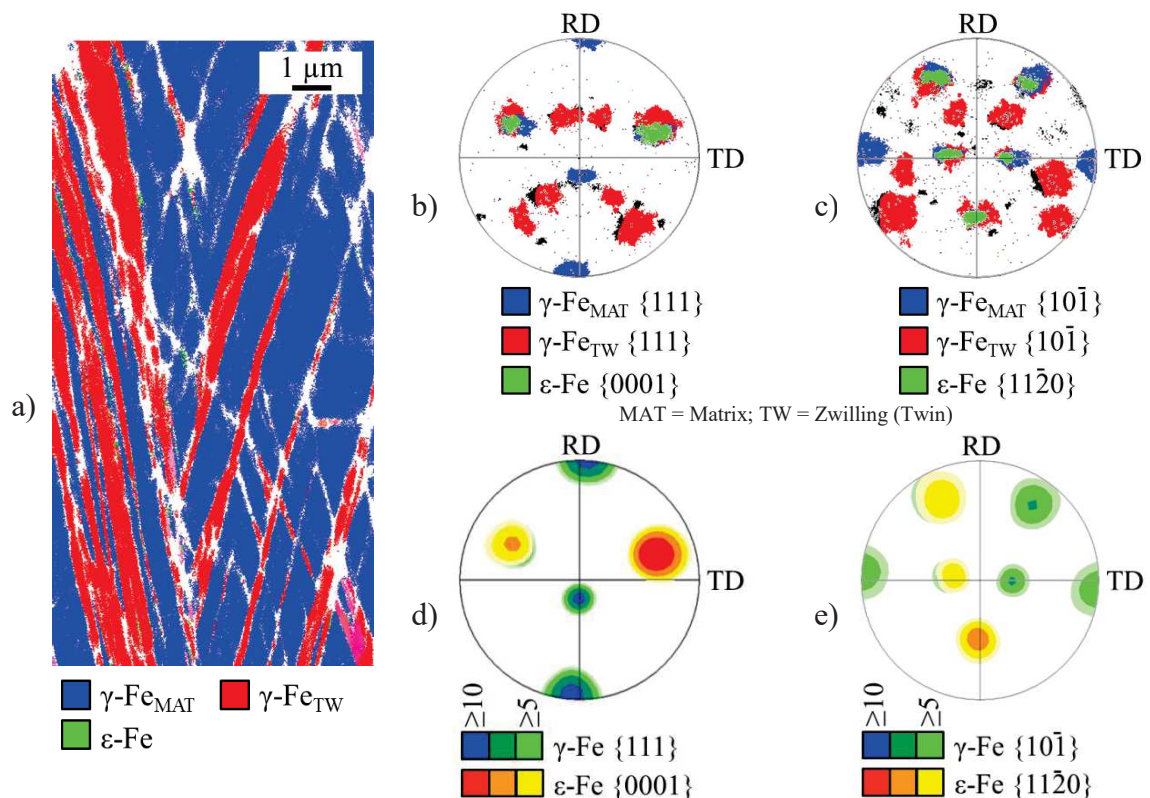
**Abbildung 91: Gefüge der CarNit-Stähle im IPF || RD - Mapping mit Verformungszwillingen in linear unabhängigen Gleitsystemen**



**Abbildung 92: CNMn0.96: IPF || RD - Mappings bei unterschiedlichen Schrittweiten**



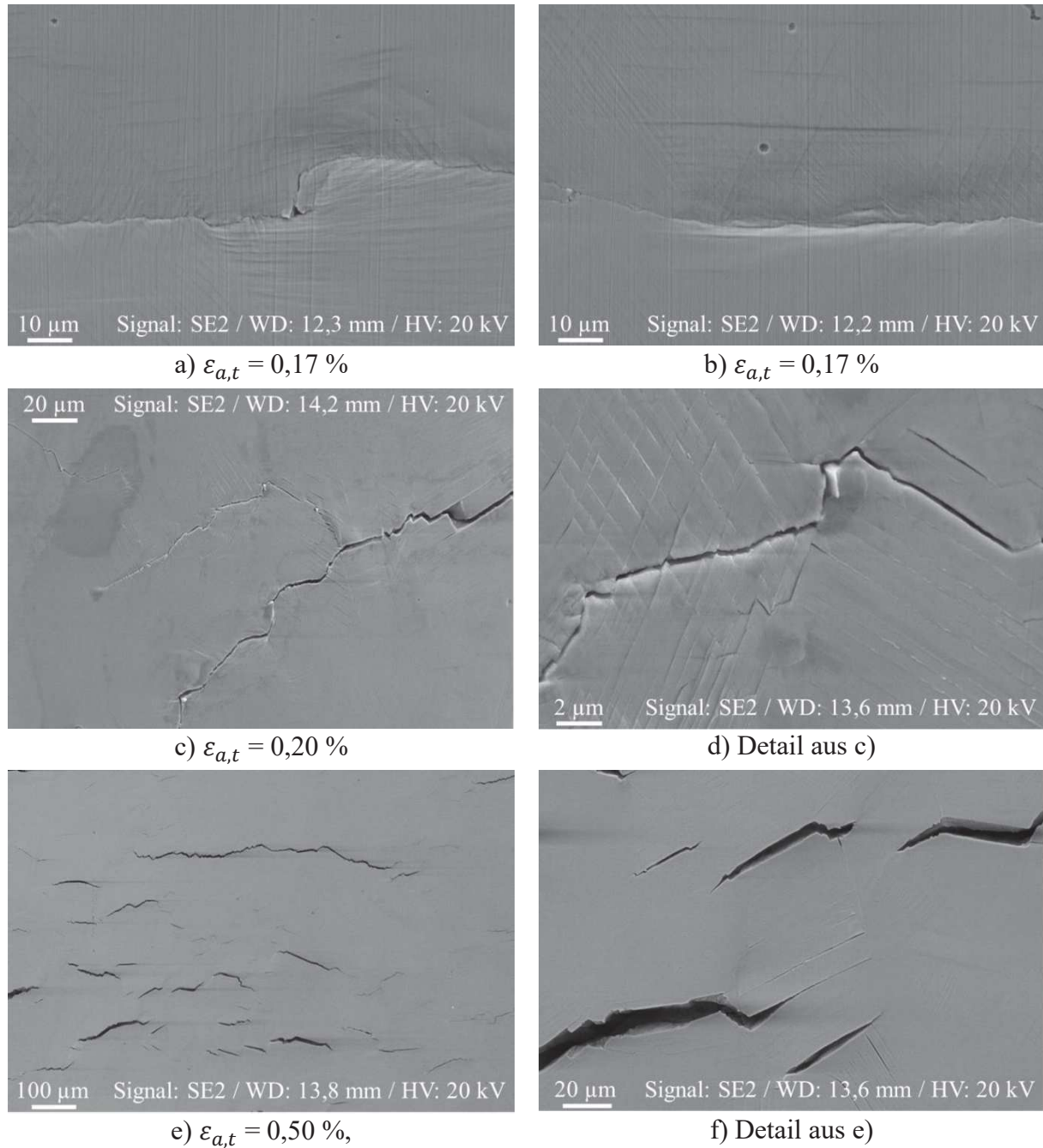
**Abbildung 93: IPF || RD - Mappings der  $\epsilon\text{-Fe}$  Phase bei ca. 4 mm Abstand zur Bruchfläche:**  
 a) Kornverlängerung ca. 54 %,      b) Kornverlängerung ca. 60 %,      c) Kornverlängerung ca. 56 %



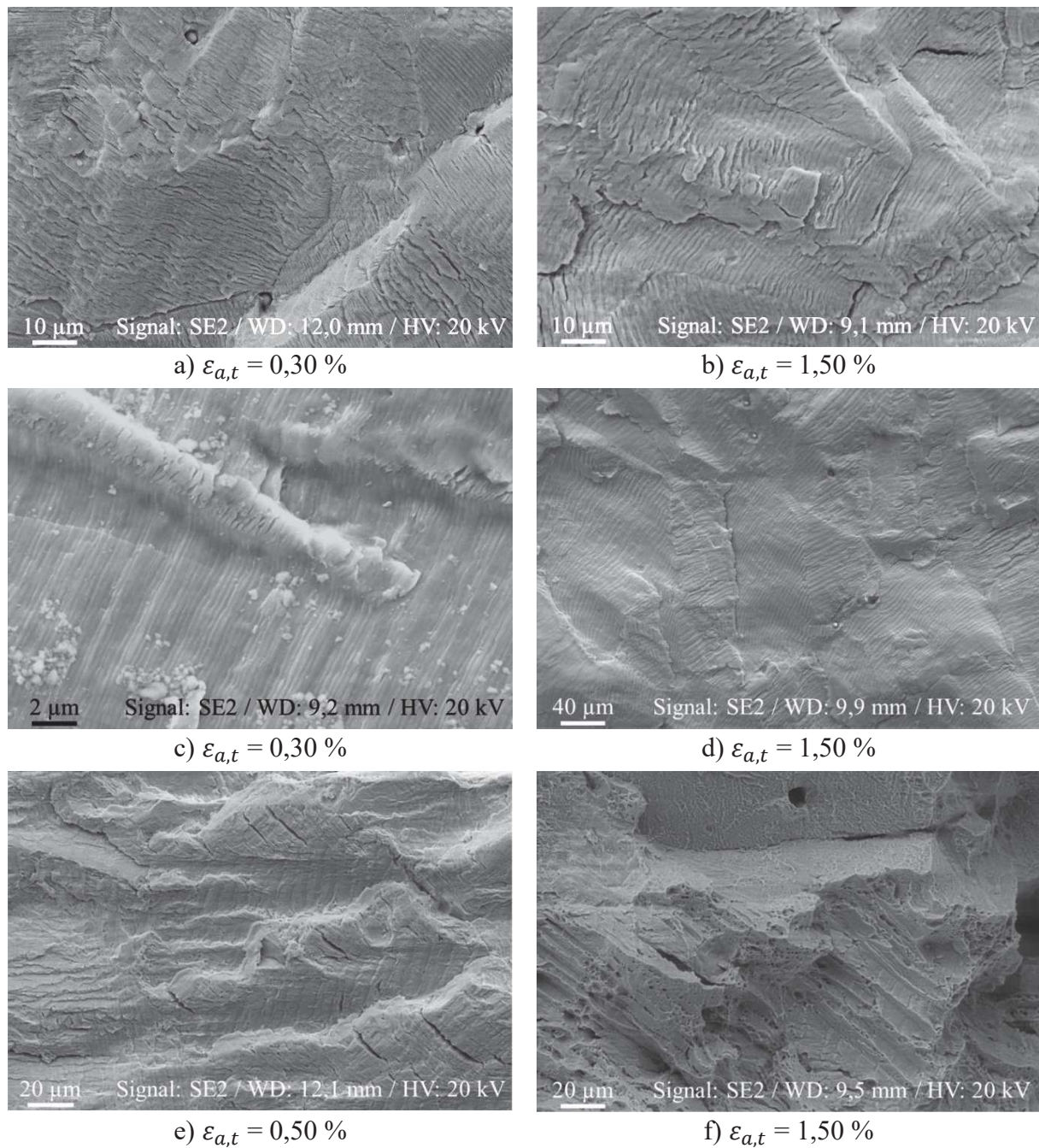
**Abbildung 94: CNMn0.96:  $\gamma\text{-Fe}$  und  $\epsilon\text{-Fe}$  im Bereich aus Abbildung 92b):**

- a) Phasenmapping mit SW: 0,02  $\mu\text{m}$ ,
- b) und c) Überlagerung von Polfiguren mit Orientierungsdarstellung der einzelnen Messpunkte aus dem Phasenmapping,
- d) und e) Polfiguren mit statistischer Orientierungsverteilung





**Abbildung 95: Anrisse auf Oberflächen von Ermüdungsproben im Messbereich a), b) GCMn1.20 c), d), e), f) CNMn0.85**



**Abbildung 96: Bruchflächen von Ermüdungsproben im Messbereich a), b) CNMn0.85 c), d), CNMn1.07 e), f) GCMn1.20**

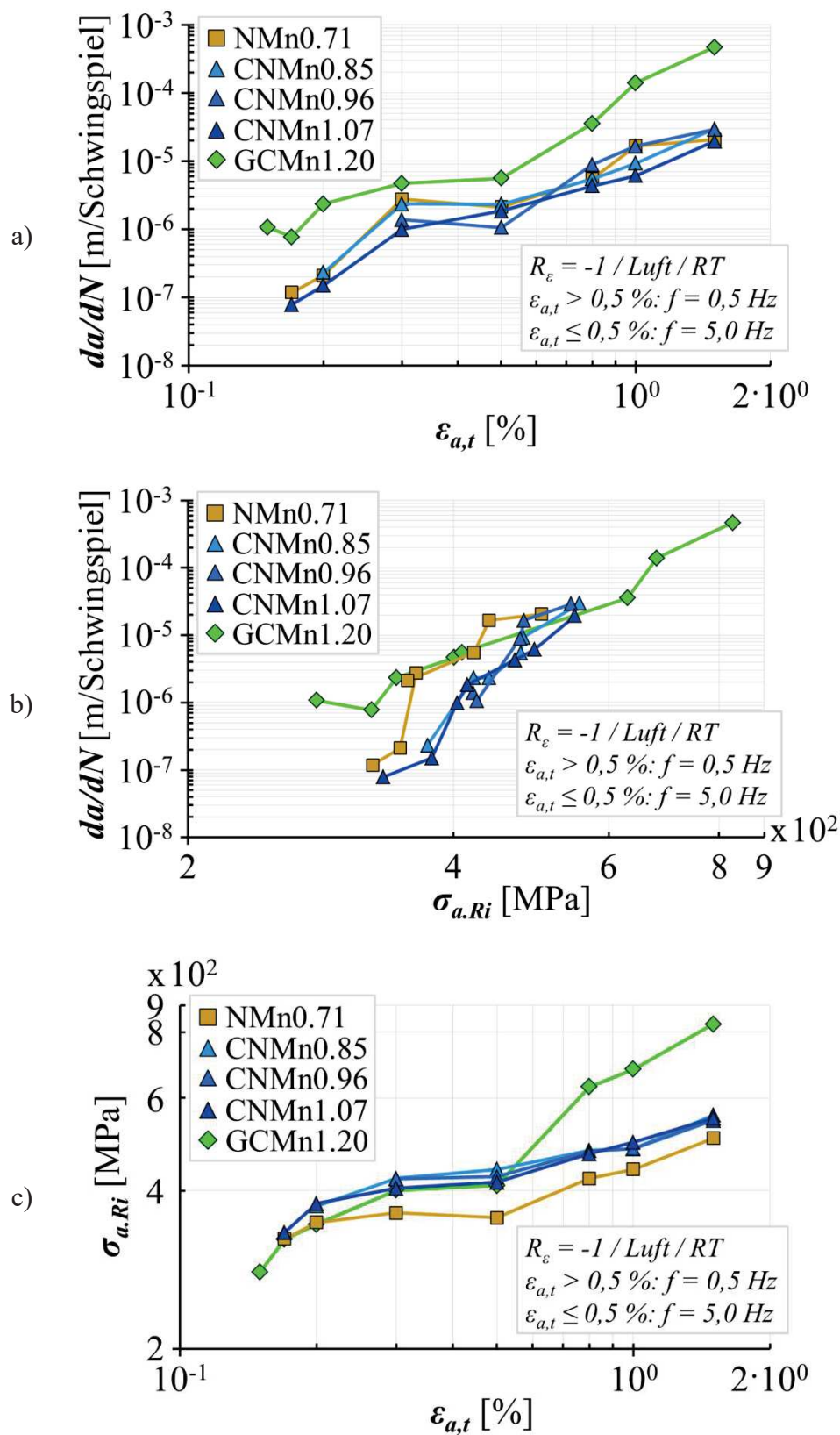


Abbildung 97: Abschätzung der mittleren Rissausbreitungsgeschwindigkeiten  $da/dN$  nach erfolgtem Anriss der Ermüdungsproben über a) der Totaldehnungsamplitude  $\epsilon_{a,t}$  und b) der beim Lebensdauerende wirkenden Spannungsamplitude  $\sigma_{a,Ri}$  sowie c)  $\sigma_{a,Ri}$  über  $\epsilon_{a,t}$



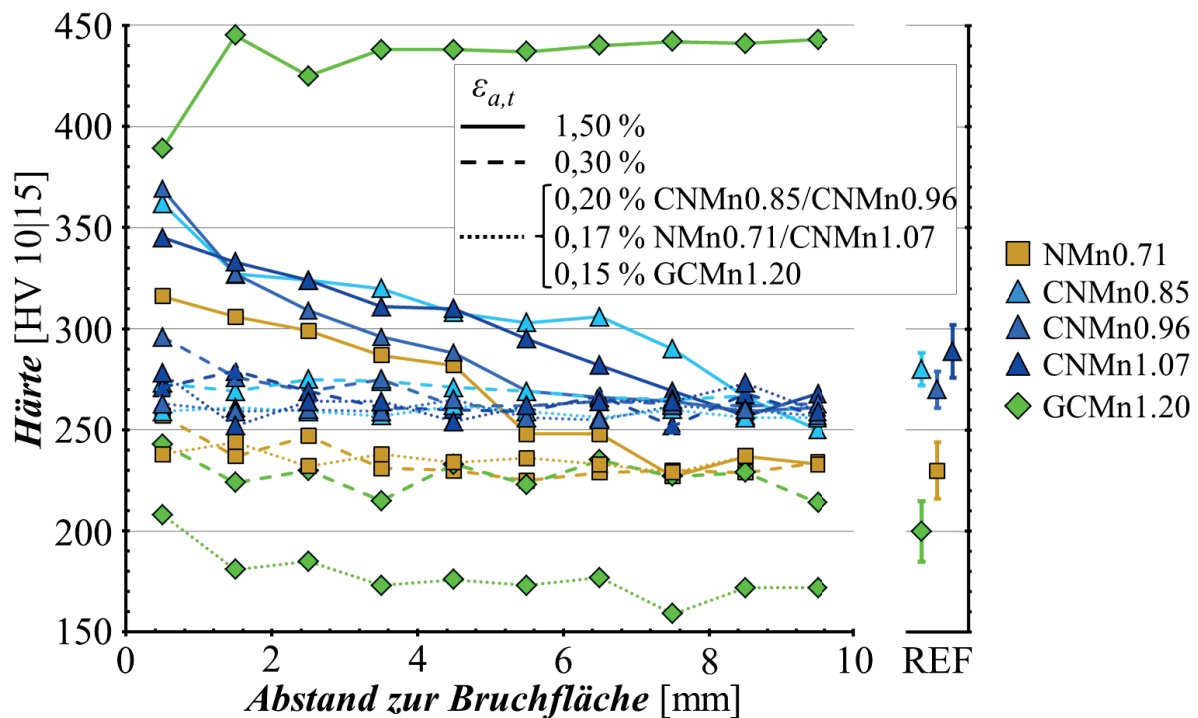


Abbildung 98: Härteprofile ausgehend von der Bruchfläche in Richtung Kegelkopf nach durchgeführtem Ermüdungsversuch bis zum Probenbruch

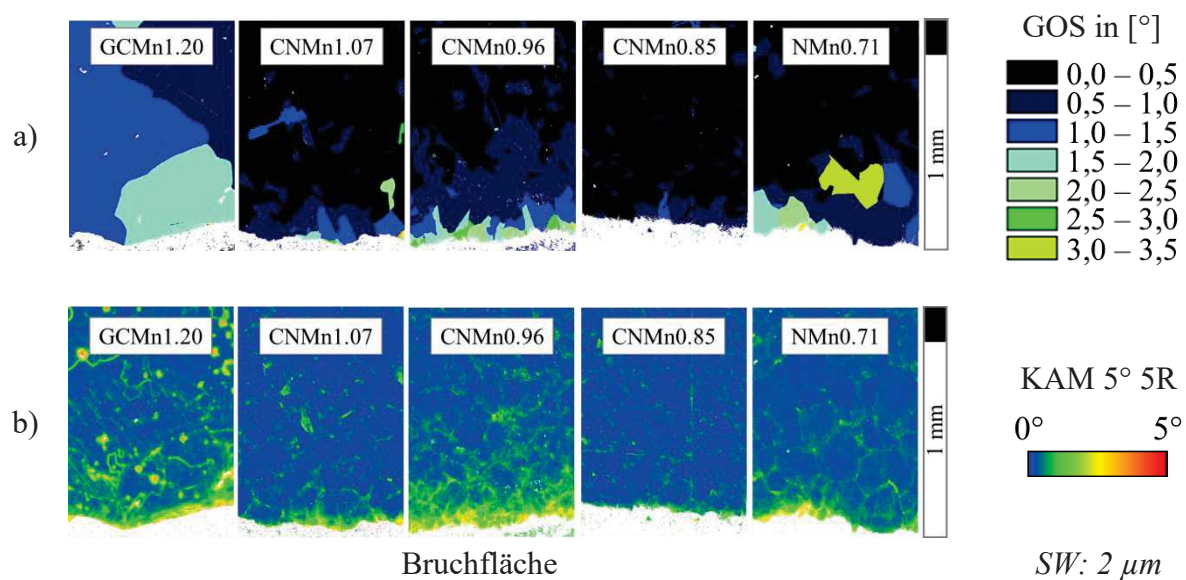
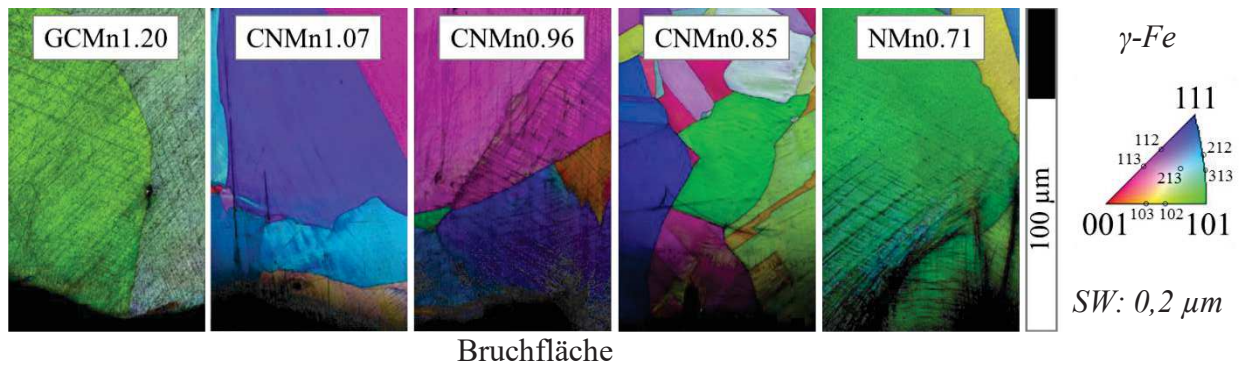
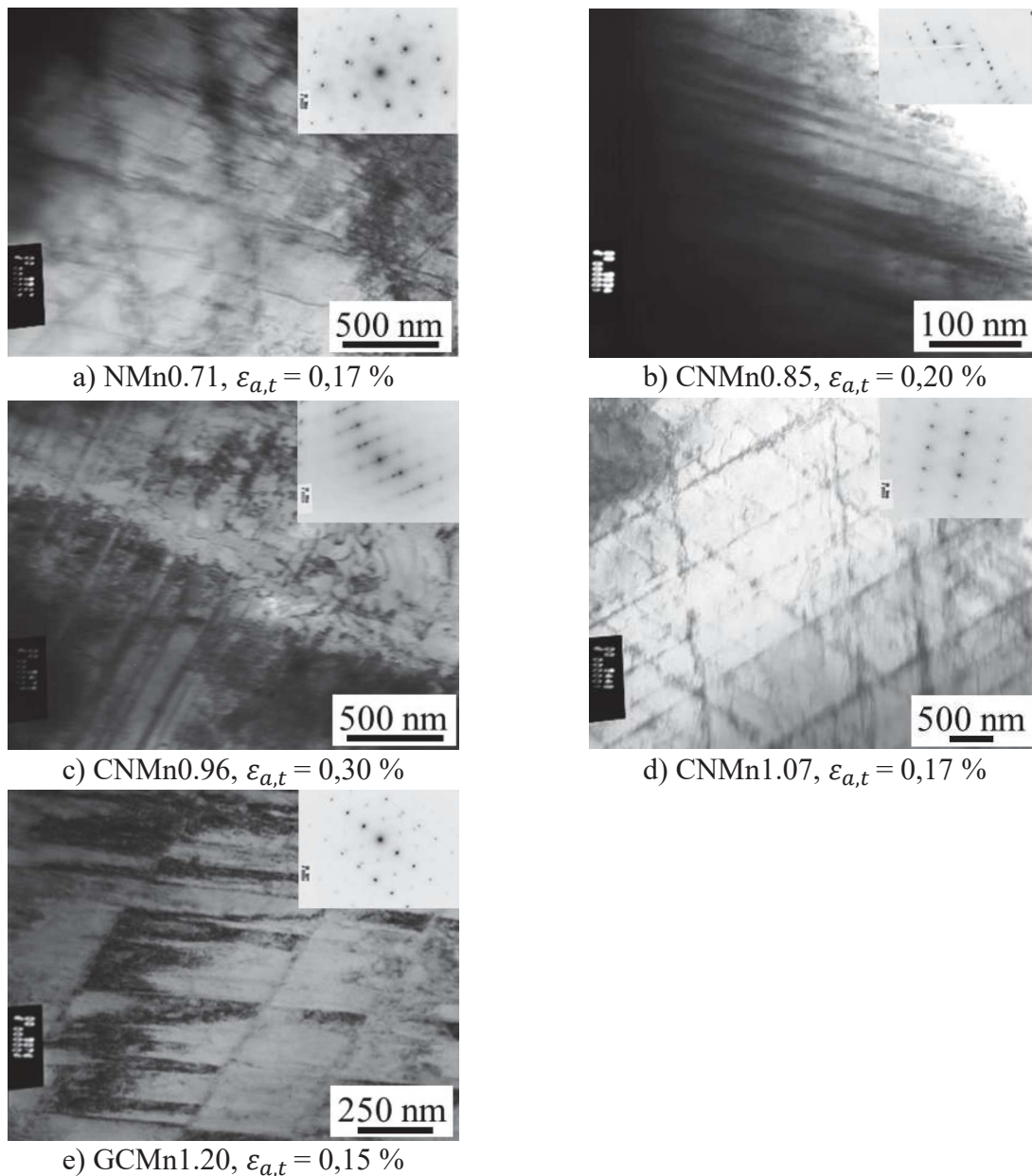


Abbildung 99: EBSD Mappings nach dem Versagen bei der jeweils niedrigsten dazu führenden Belastungsamplitude: NMn0.71 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,17$  %, CNMn0.85 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,20$  %, CNMn0.96 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,30$  %, CNMn1.07 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,17$  % und GCMn1.20 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,15$  %, a) GOS - und b) KAM - Mappings



**Abbildung 100:** IPF || RD- mit überlagerten IQ-Mappings nach dem Versagen bei der jeweils niedrigsten dazu führenden Belastungsamplitude: NMn0.71 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,17 \%$ , CNMn0.85 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,20 \%$ , CNMn0.96 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,30 \%$ , CNMn1.07 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,17 \%$  und GCMn1.20 bei  $\varepsilon_{a,t} = 0,15 \%$



**Abbildung 101:** TEM Aufnahmen im Bruchflächennahen Bereich mit Angabe der Totaldehnungsamplitude



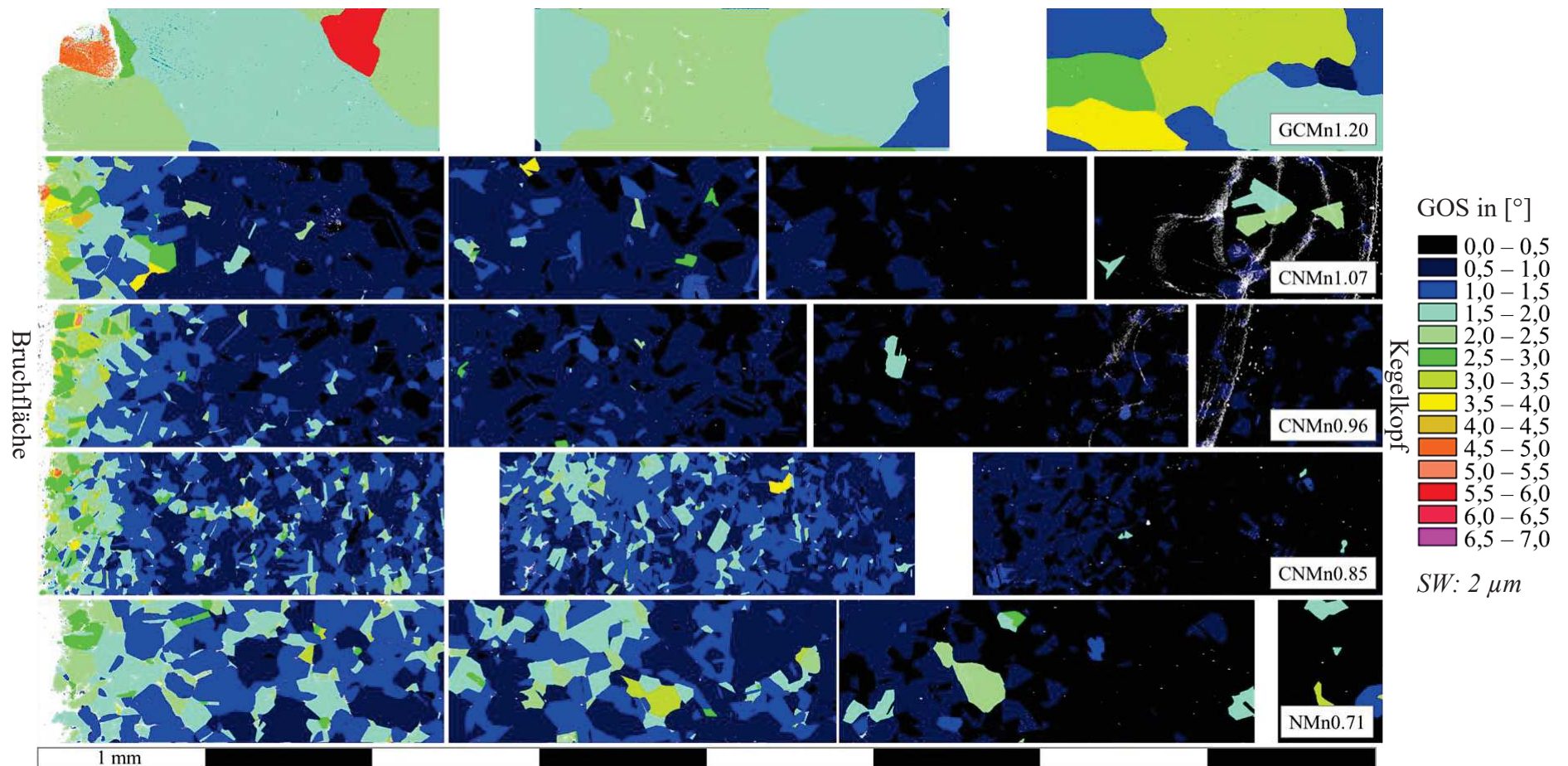
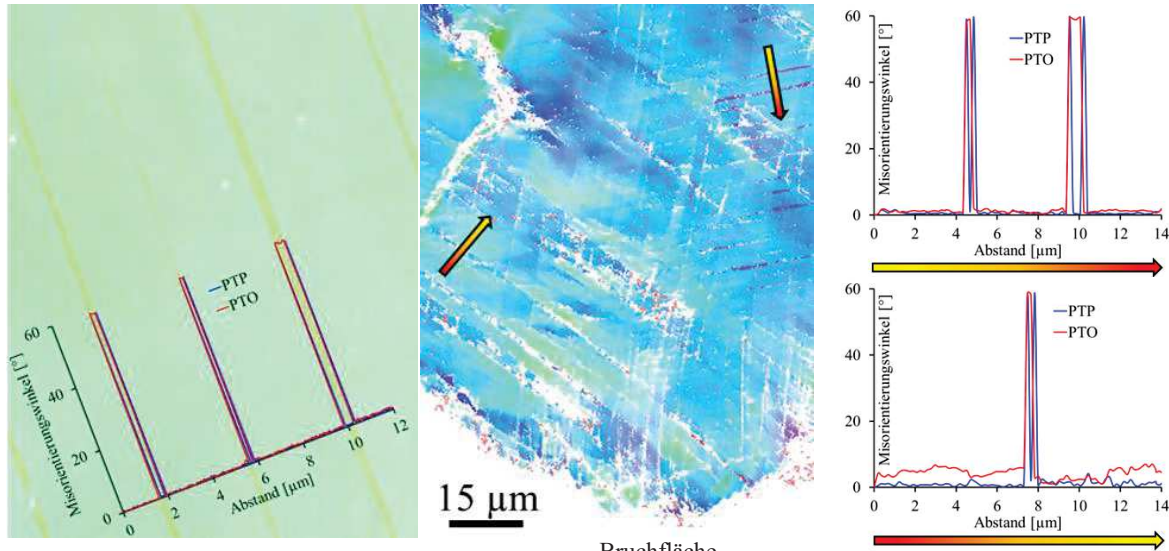
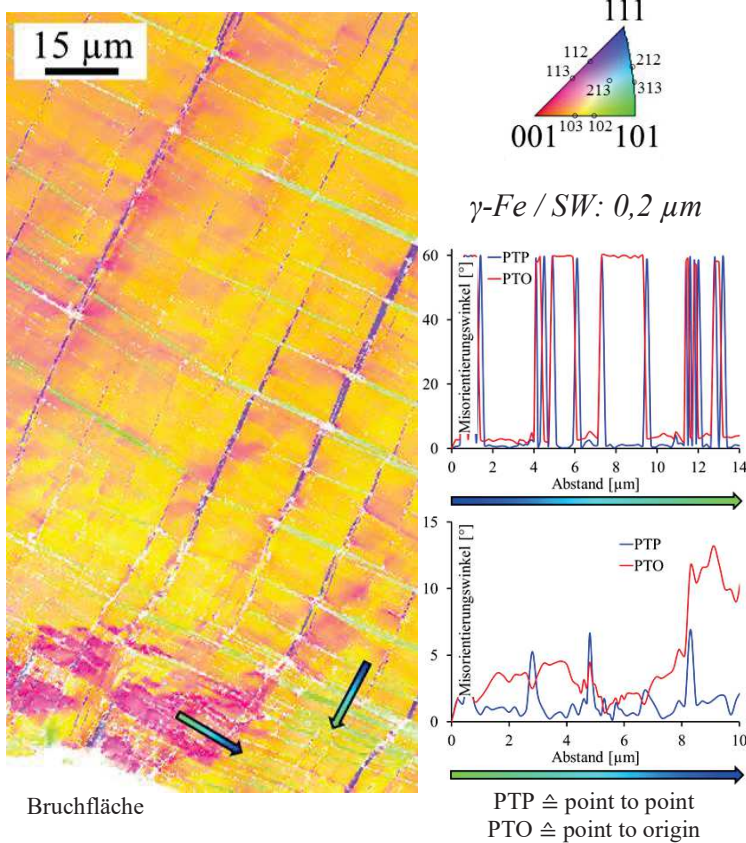


Abbildung 102: GOS - Mappings nach dem Versagen der Proben bei der Belastungsamplitude  $\varepsilon_{a,t} = 1,5 \%$



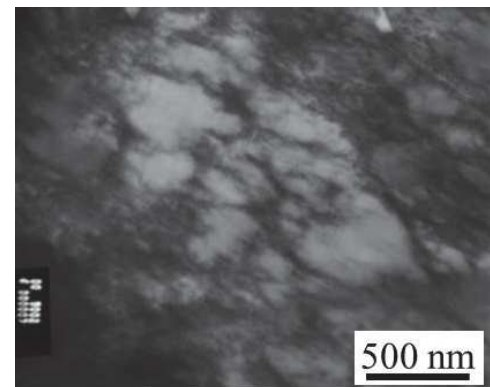
a) Mikrozwillinge (Details aus Bereich in Abbildung 100)

b) Zwillingsbildung in zwei Gleitsystemen

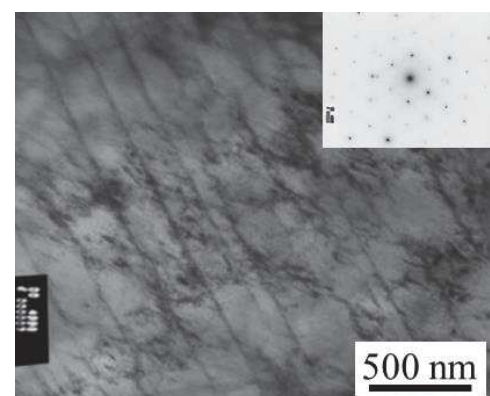


Bruchfläche

c) Mikrozwillinge in zwei Gleitsystemen



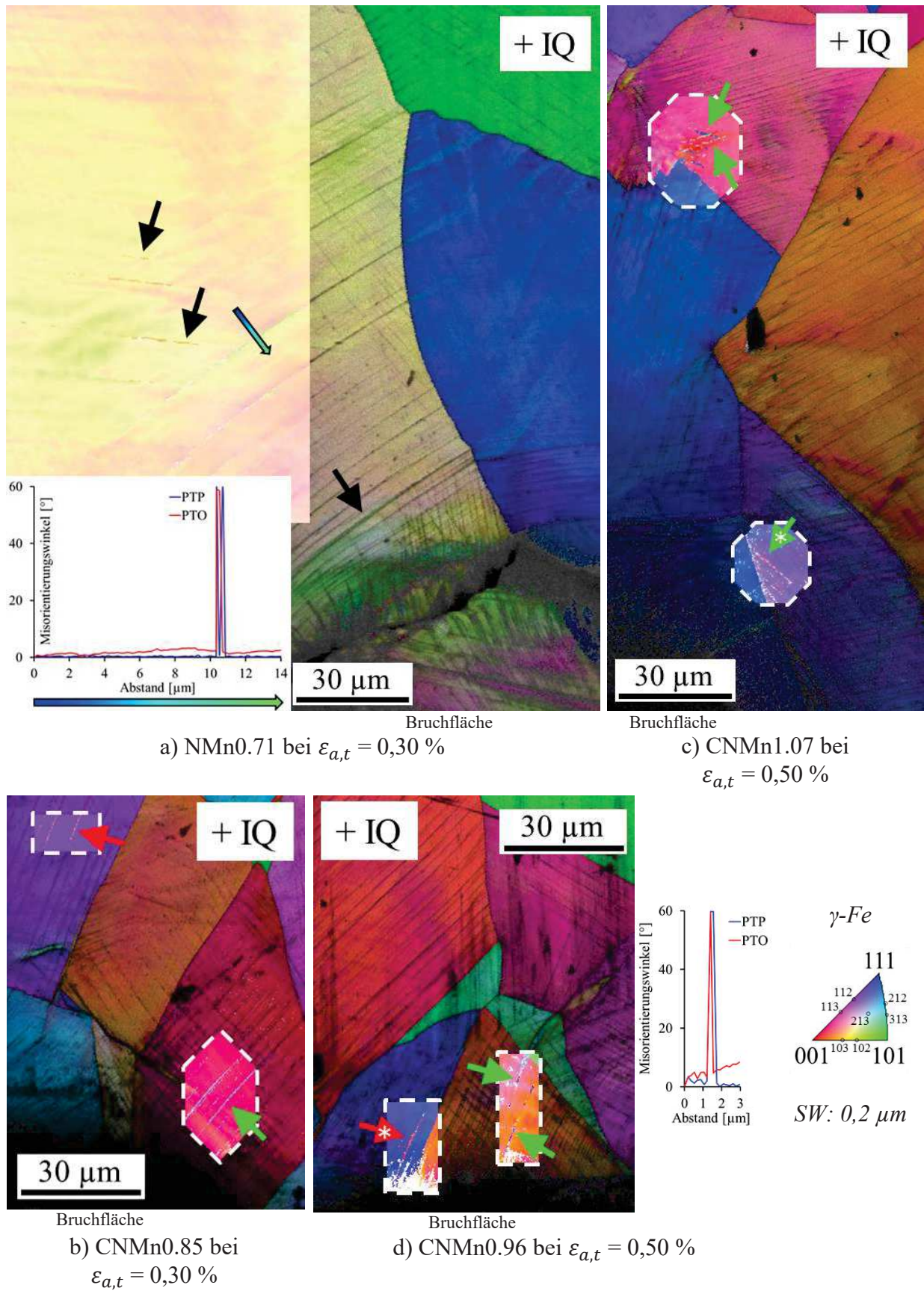
d) Versetzungszellen



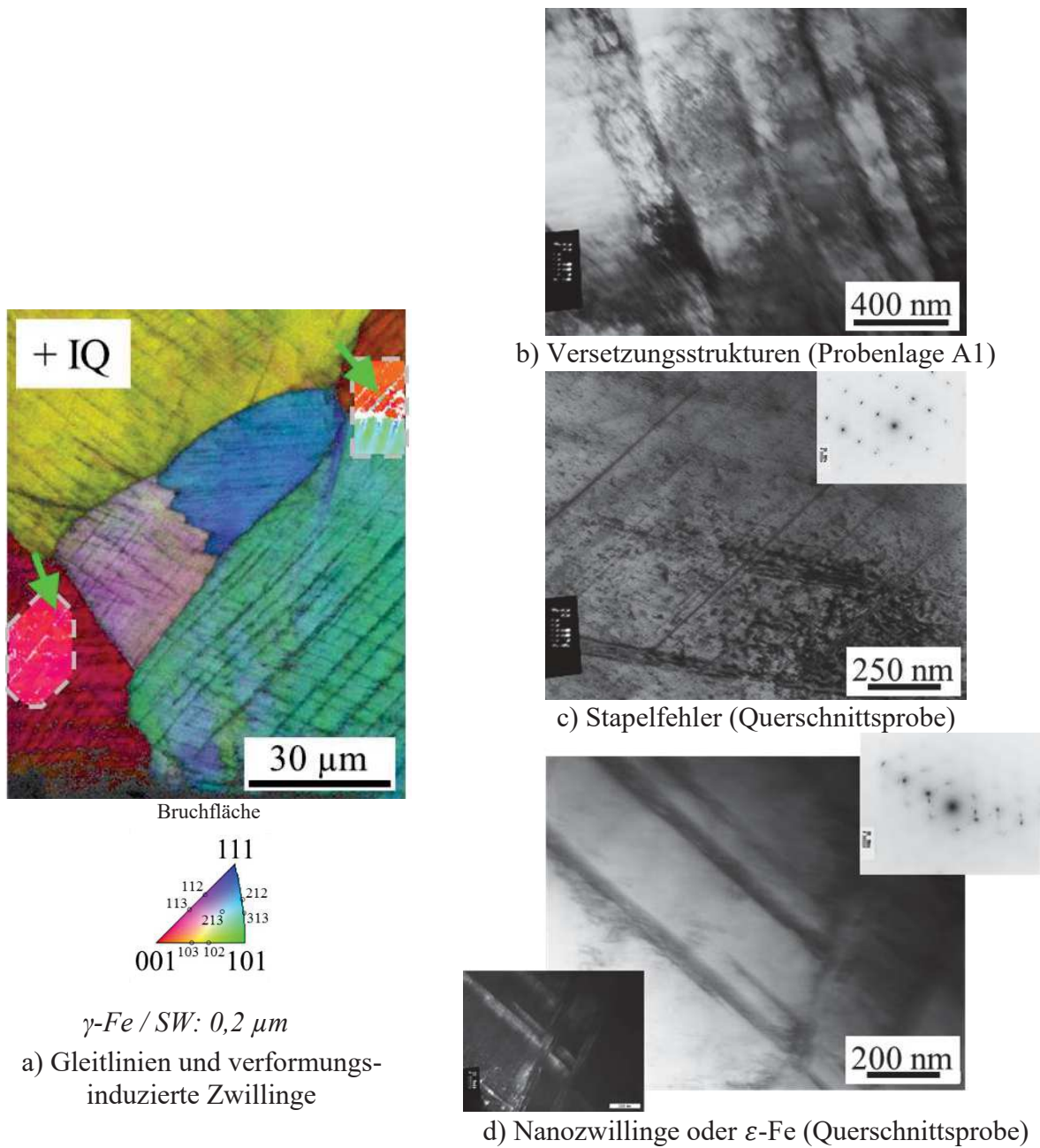
e) Nanozwillinge mit diffusen Versetzungszellen

**Abbildung 103: Bruchflächennahes Gefüge des GCMn1.20 nach Belastung bei a)\*  $\epsilon_{a,t} = 0,15$  %, b)\*  $\epsilon_{a,t} = 0,30$  % c)\*, d)<sup>†</sup>, e)<sup>†</sup>  $\epsilon_{a,t} = 1,50$  %; \*EBSD: IPF || RD-Mappings mit Misorientierungsprofilen, <sup>†</sup>TEM-Aufnahmen,**



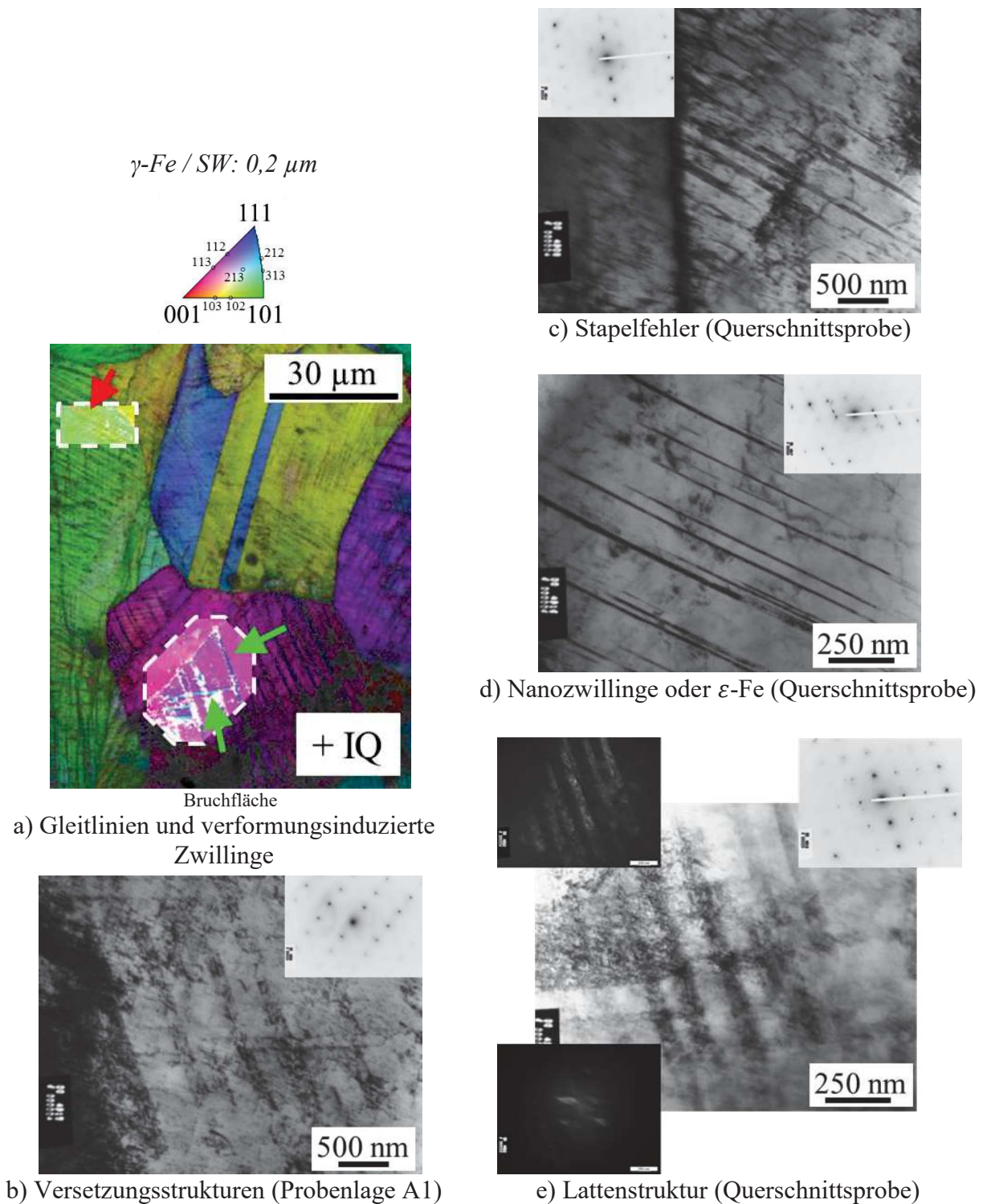


**Abbildung 104: IPF || RD-Mappings mit partieller Überlagerung von IQ-Mappings: Gleitlinien und verformungsinduzierte Zwillinge im bruchflächennahen Gefüge des NMn0.71 und der CarNit-Stähle**



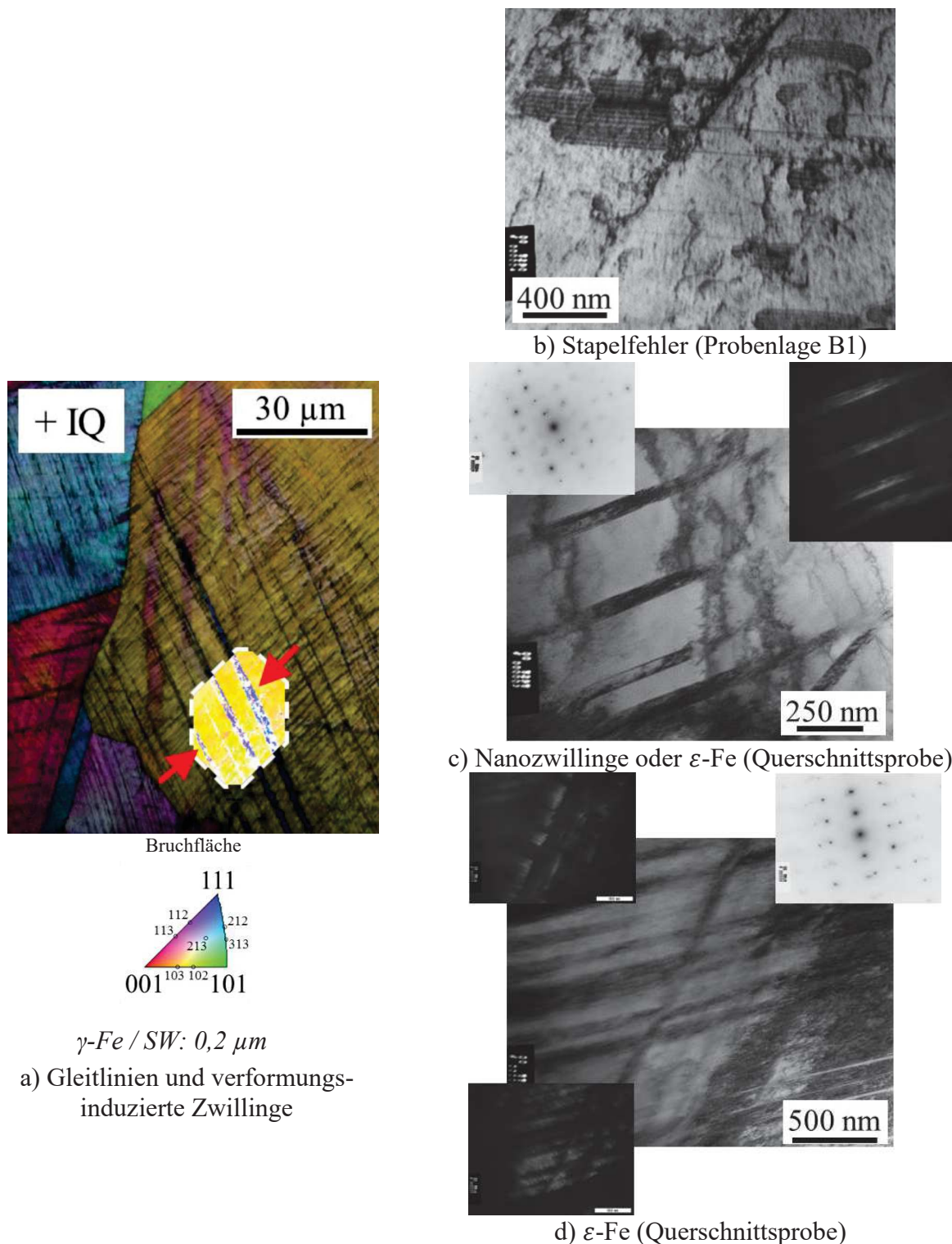
**Abbildung 105: Mikrostruktur im bruchflächennahen Gefüge des NMn0.71 nach einer Belastung bei  $\epsilon_{a,t} = 1,50 \%$ , a) IPF || RD-Mapping mit partieller Überlagerung von IQ-Mappings sowie b), c), d) TEM-Aufnahmen der Strukturdetails**



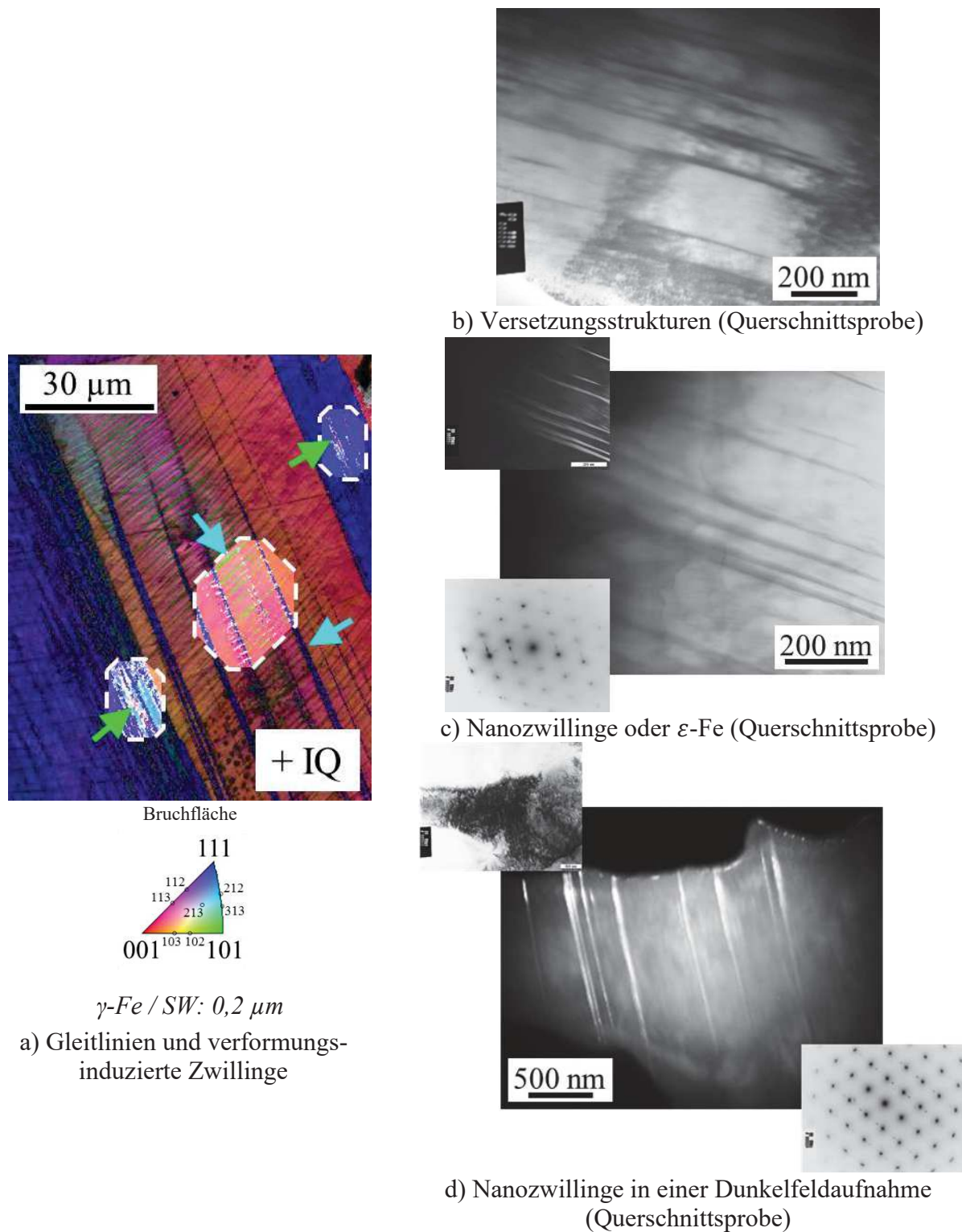


**Abbildung 106: Mikrostruktur im bruchflächennahen Gefüge des CNMn0.85 nach einer Belastung bei  $\varepsilon_{a,t} = 1,50 \%$ , a) IPF || RD-Mapping mit partieller Überlagerung von IQ-Mappings sowie b), c), d) TEM-Aufnahmen der Strukturdetails**





**Abbildung 107: Mikrostruktur im bruchflächennahen Gefüge des CNMn0.96 nach einer Belastung bei  $\epsilon_{a,t} = 1,50 \%$ , a) IPF || RD-Mapping mit partieller Überlagerung von IQ-Mappings sowie b), c), d) TEM-Aufnahmen der Strukturdetails**



**Abbildung 108: Mikrostruktur im bruchflächennahen Gefüge des CNMn1.07 nach einer Belastung bei  $\epsilon_{a,t} = 1,50 \%$ , a) IPF || RD-Mapping mit partieller Überlagerung von IQ-Mappings sowie b), c), d) TEM-Aufnahmen der Strukturdetails**

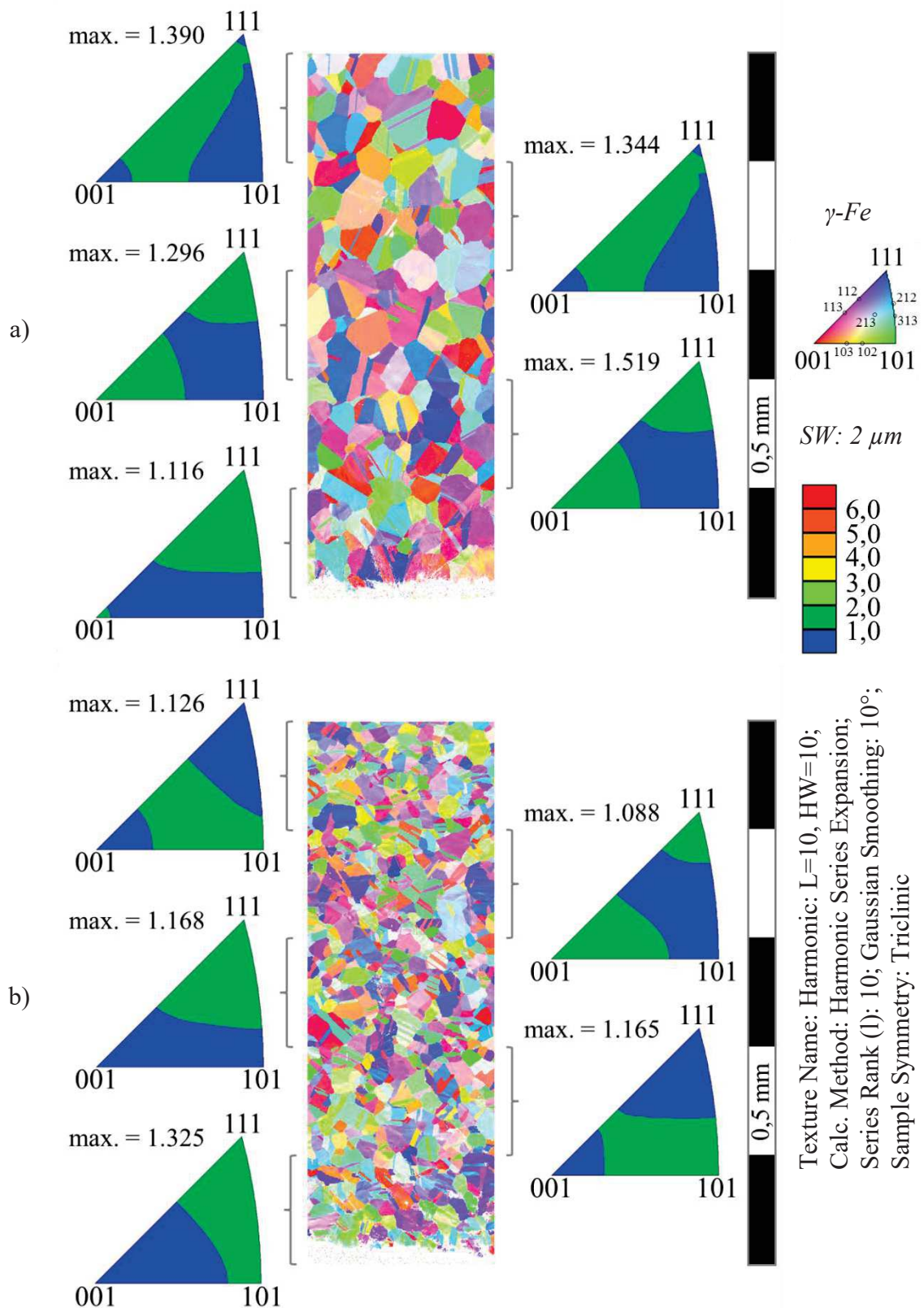


Abbildung 109: IPF || RD – Mappings bruchnaher Bereiche (unterer Abbildungsbereich) mit, den markierten Bereichen zugeordneten, inversen Polfiguren parallel zur Probenverformungsachse a) CNMn1.07 und b) CNMn0.85

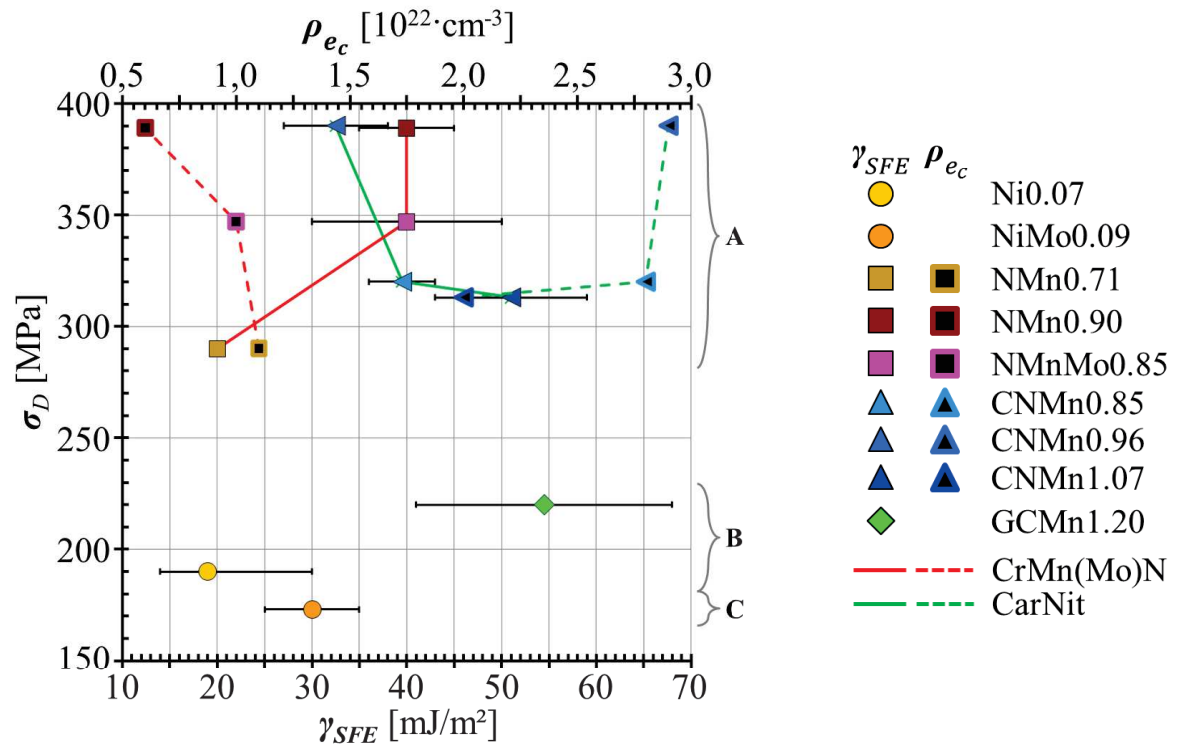


Abbildung 110: Dauerfestigkeit  $\sigma_D$  über der Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SFE}$  und der Dichte der freien Elektronen  $\rho_{ec}$  (Werte s. Tabelle 14 und Tabelle 15)

- Bereich A: streng planare Gleitung
- Bereich B: Versetzungszellen mit Phasenumwandlung bzw. Pseudozwillingsbildung
- Bereich C: Versetzungszellen (wellige Gleitung)

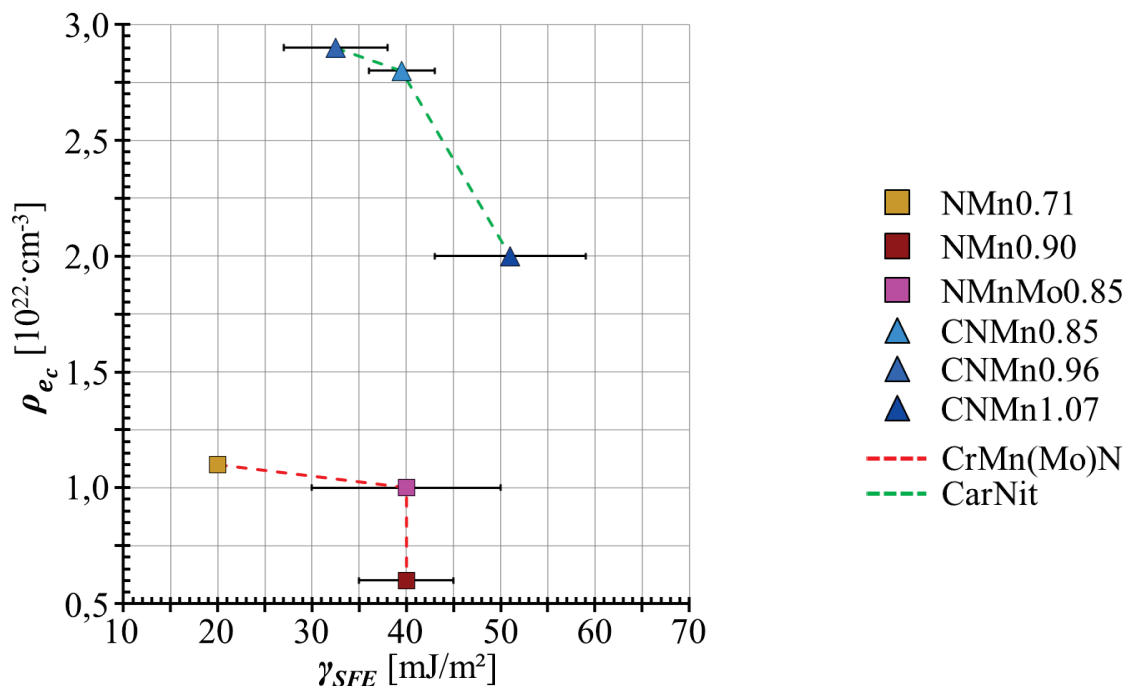


Abbildung 111: Dichte der freien Elektronen  $\rho_{ec}$  über der Stapelfehlerenergie  $\gamma_{SFE}$  der CrMn(Mo)N- und CarNit-Stähle (Werte s. Tabelle 14)



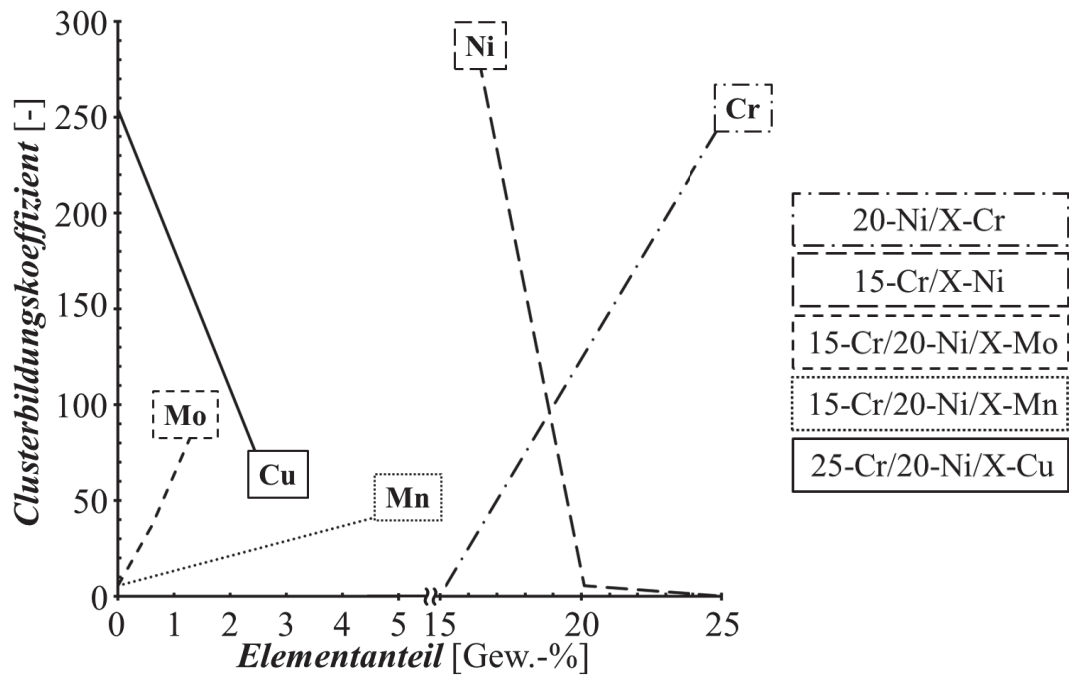


Abbildung 112: Clusterbildungskoeffizient nach [133] über dem jeweiligen Legierungsanteil des jeweiligen Legierungselementes für Eisenbasislegierungen mit den rechts angegebenen Grundzusammensetzungen

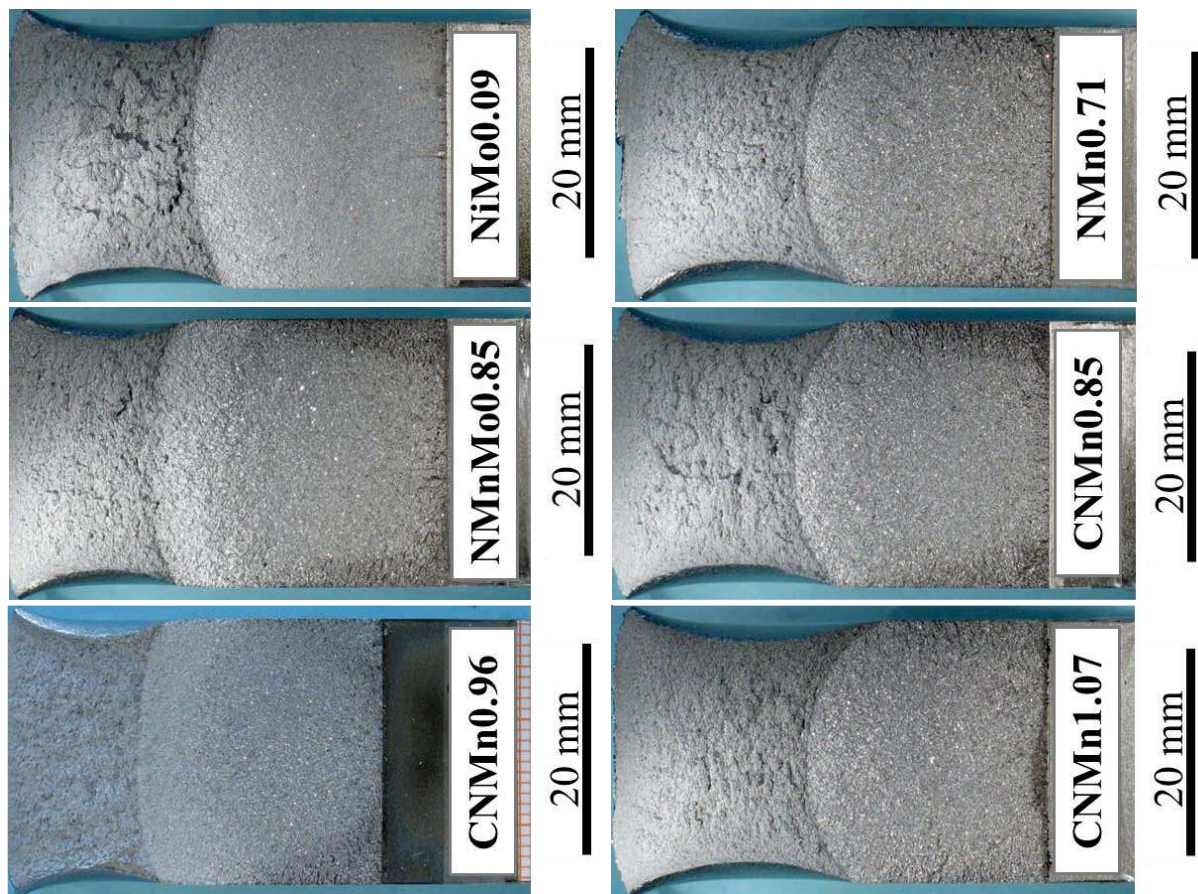
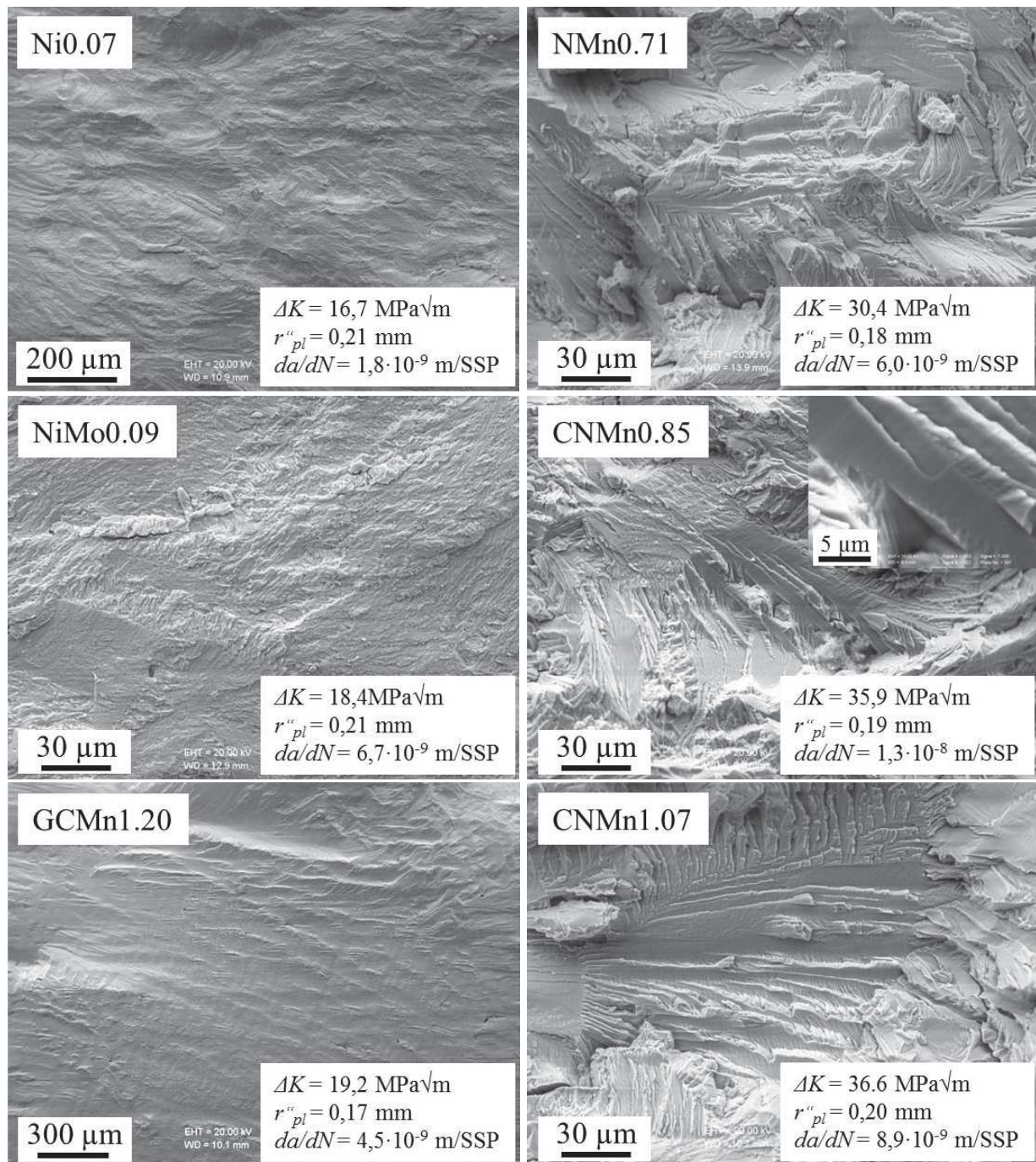


Abbildung 113: Makroskopische Aufnahmen der CT-Probenbruchflächen nach dem Rissausbreitungs- und Bruchzähigkeitsversuch

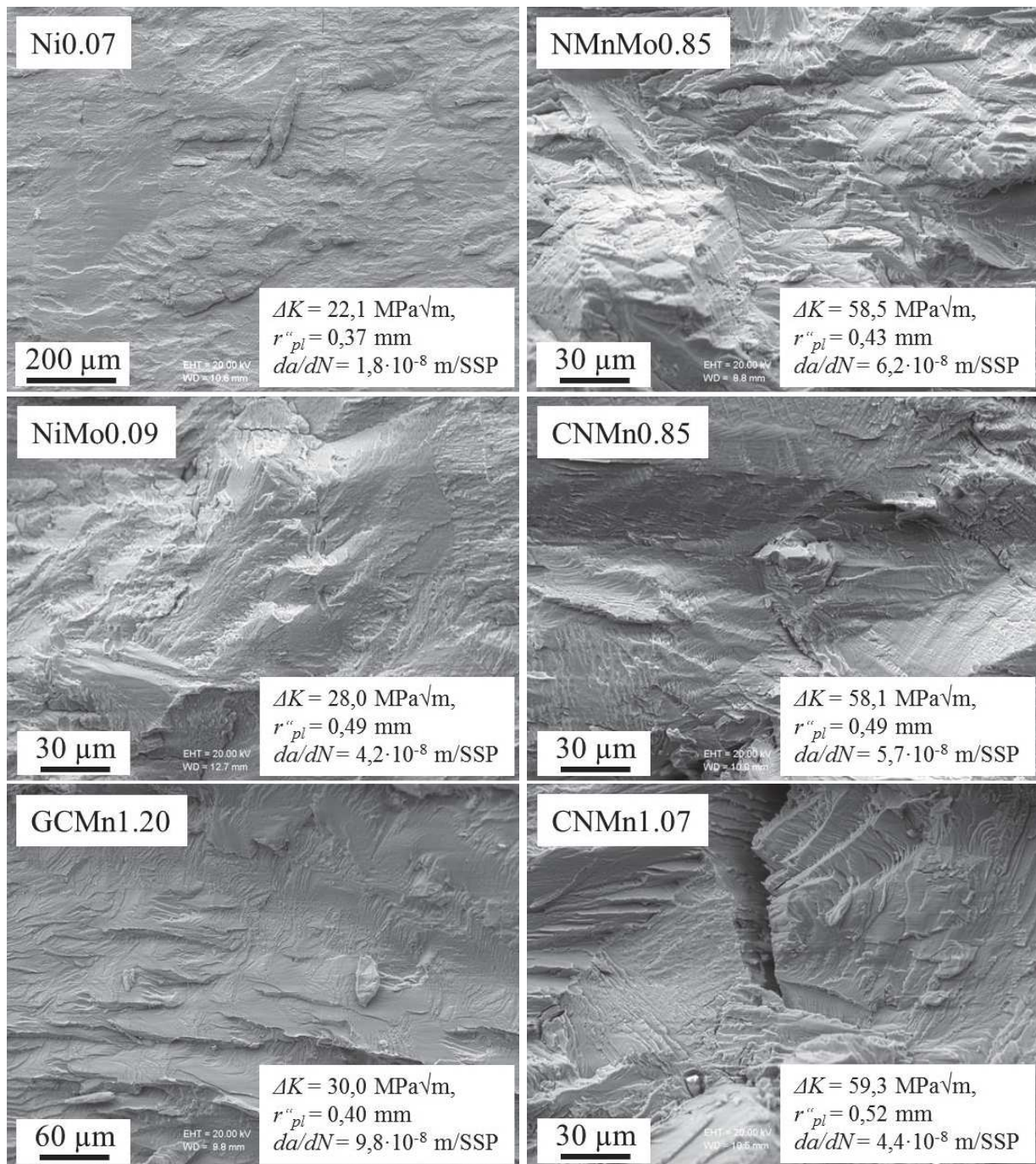




a) Werkstoffe mit welligem Gleitverhalten  
der Versetzungen

b) Werkstoffe mit planarem Gleitverhalten  
der Versetzungen

**Abbildung 114: Ausgewählte Ermüdungsbruchflächen der CT-Proben im Untersuchungsbereich A mit  $r''_{pl} \approx 0,20 \text{ mm}$**



a) Werkstoffe mit welligem Gleitverhalten  
der Versetzungen

b) Werkstoffe mit planarem Gleitverhalten  
der Versetzungen

**Abbildung 115: Ausgewählte Ermüdungsbruchflächen der CT-Proben im Untersuchungsbereich B mit  $r''_{pl} \approx 0,45 \text{ mm}$**



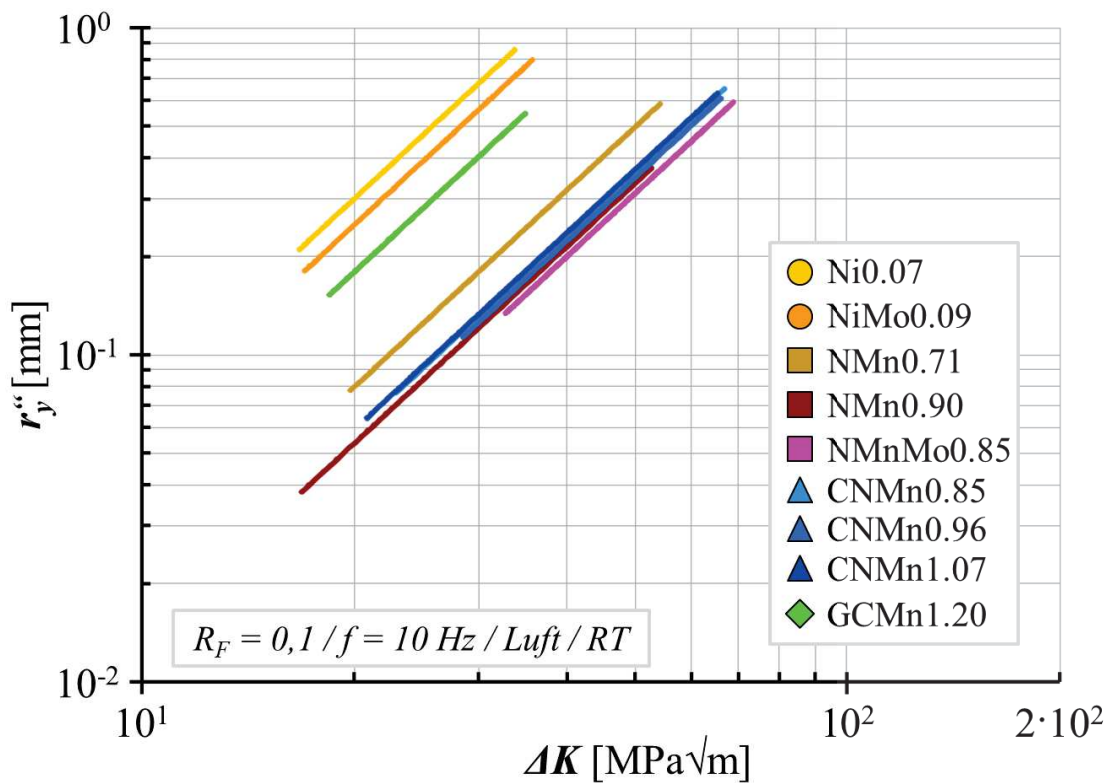


Abbildung 116: Größe der monotonen plastischen Zone bei zyklischer Beanspruchung entsprechend Gleichung ( 22 ) mit  $A = 0,5$  nach [50]

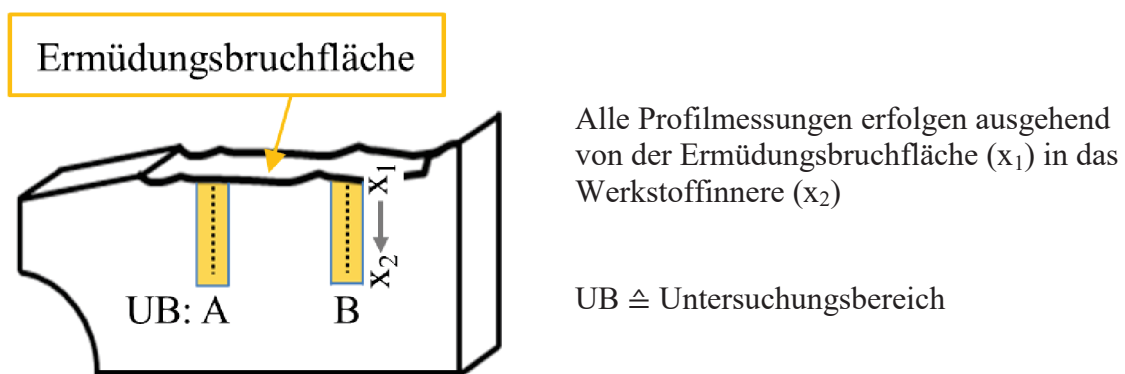
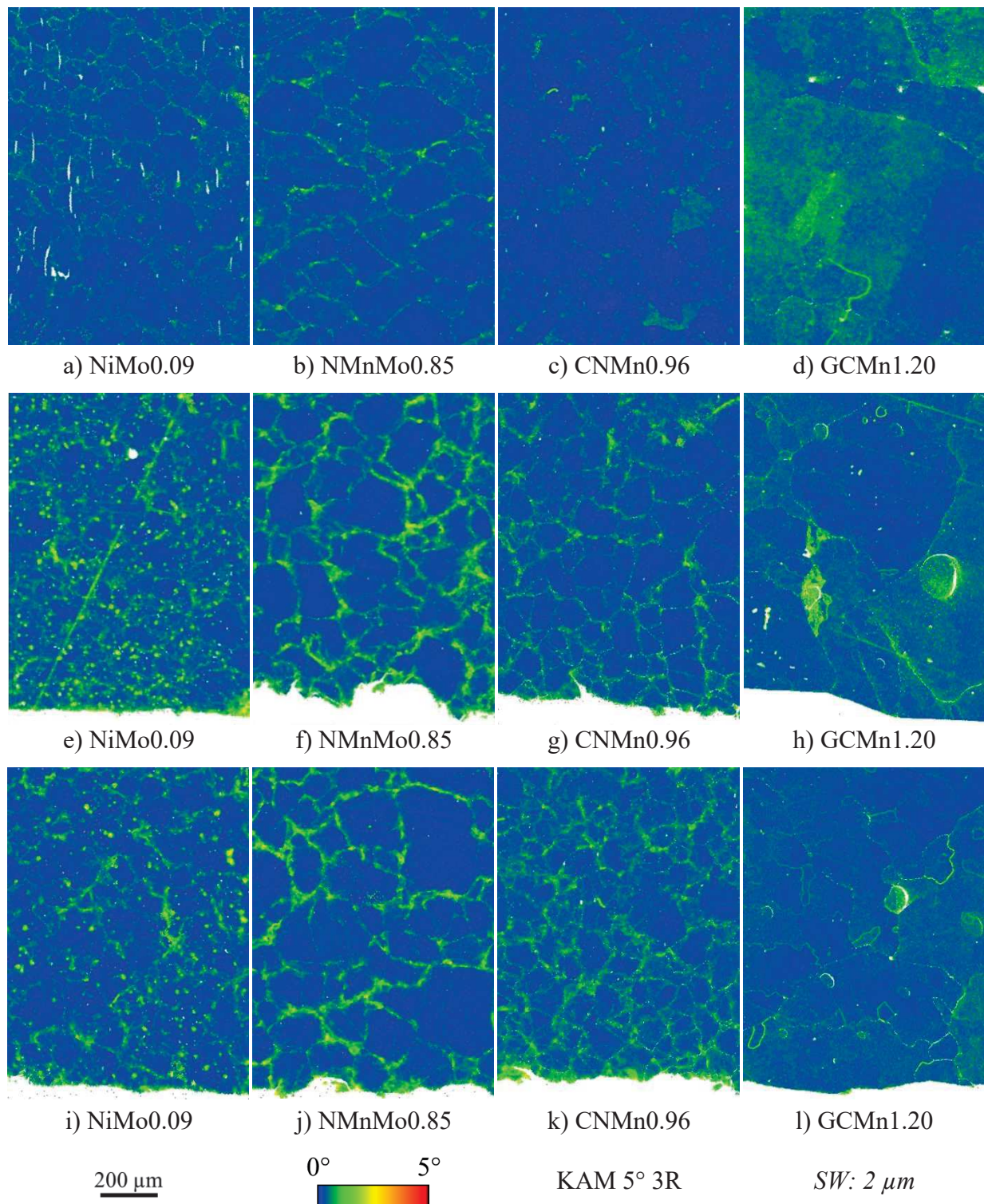


Abbildung 117: Schematische Darstellung der Lage der für die Detailuntersuchung unter der Ermüdungsbruchfläche ausgewählten Untersuchungsbereiche A und B



**Abbildung 118:** KAM – Mappings zum Vergleich der Gefüge im a), b), c), d) Ausgangszustand zum Zustand bei e), f), g), h) Untersuchungsbereich A ( $r''_{pl} \approx 0,20 \text{ mm}$ ) und i), j), k), l) Untersuchungsbereich B ( $r''_{pl} \approx 0,45 \text{ mm}$ )

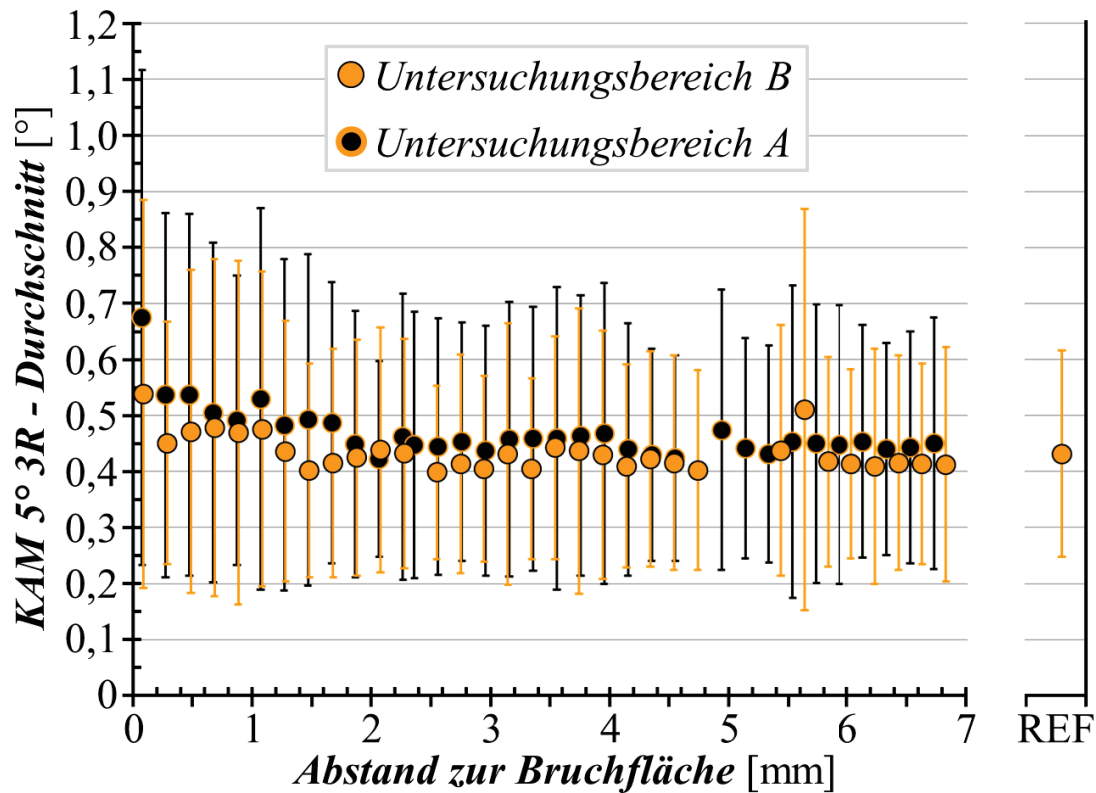


Abbildung 119: Durchschnittliche KAM 5° 3R des NiMo0.09 über dem Abstand zur Bruchfläche in den Untersuchungsbereichen A und B

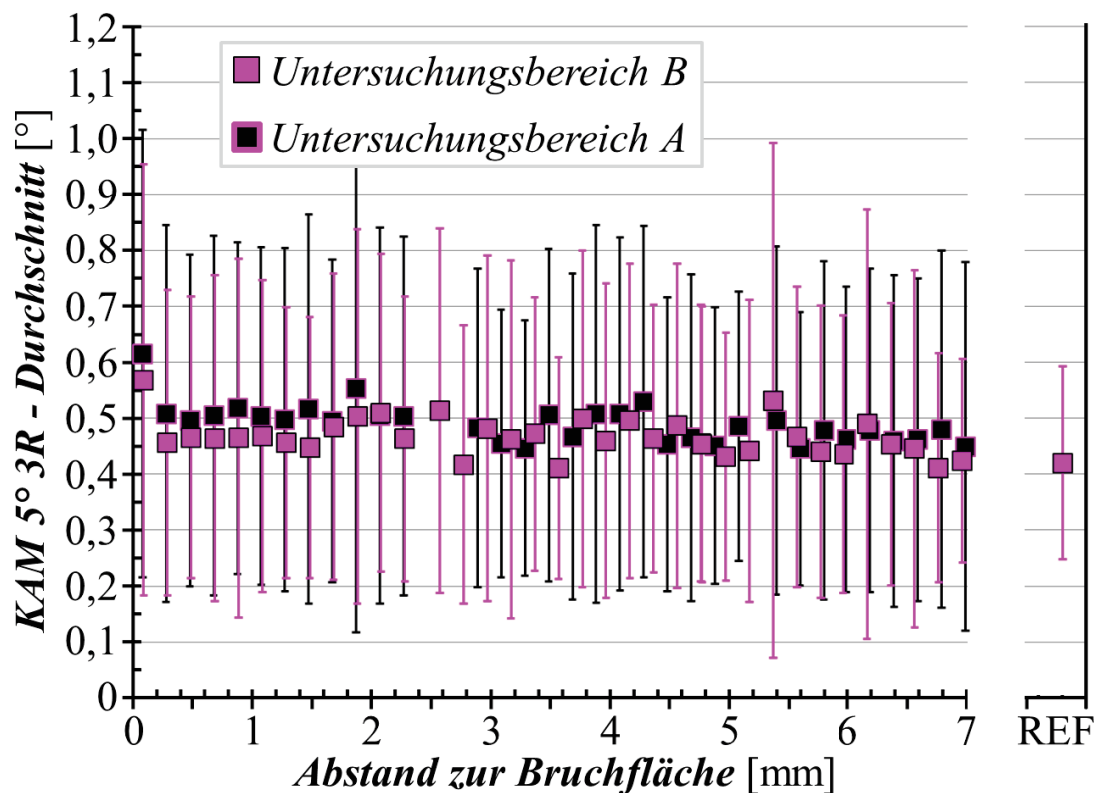


Abbildung 120: Durchschnittliche KAM 5° 3R des NMnMo0.85 über dem Abstand zur Bruchfläche in den Untersuchungsbereichen A und B



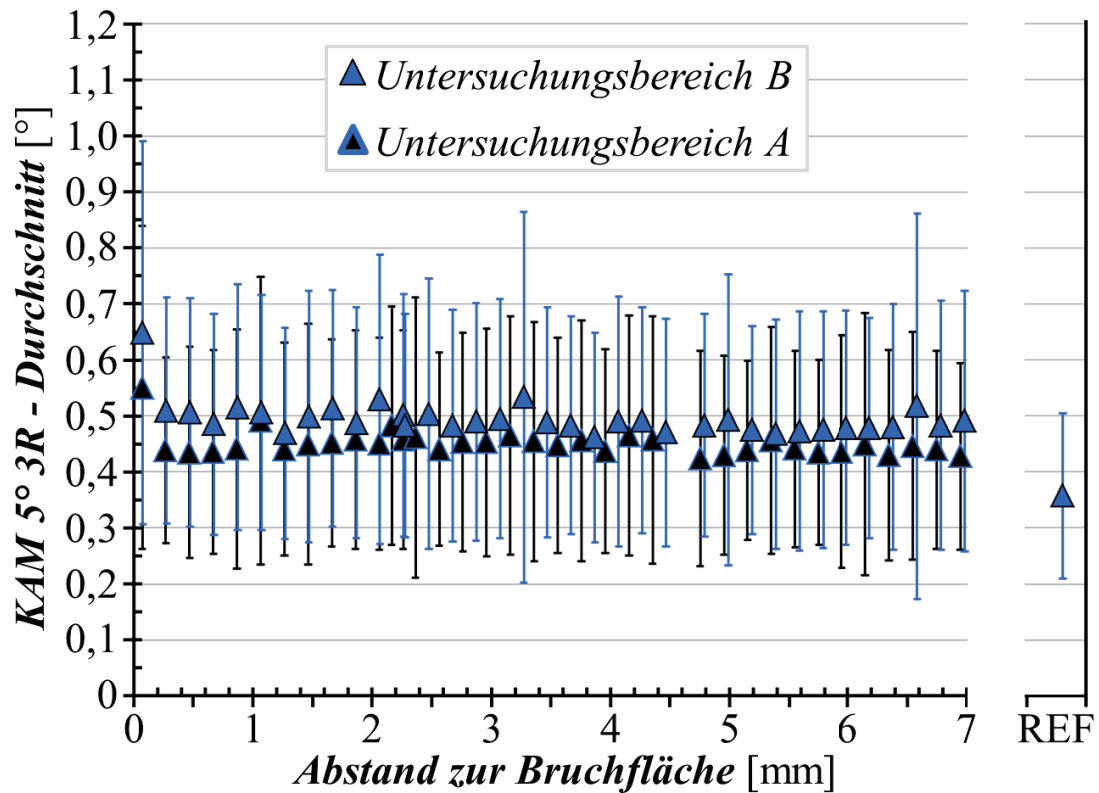


Abbildung 121: Durchschnittliche KAM 5° 3R des CNMn0.96 über dem Abstand zur Bruchfläche in den Untersuchungsbereichen A und B

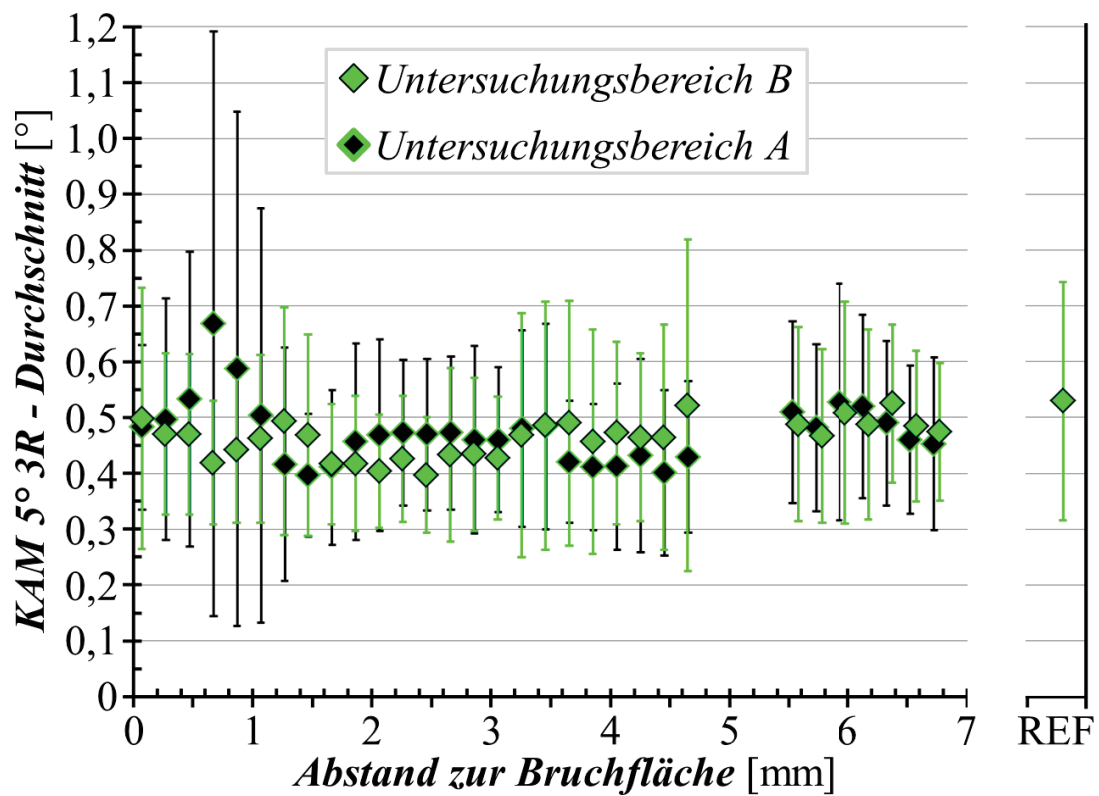


Abbildung 122: Durchschnittliche KAM 5° 3R des GCMn1.20 über dem Abstand zur Bruchfläche in den Untersuchungsbereichen A und B

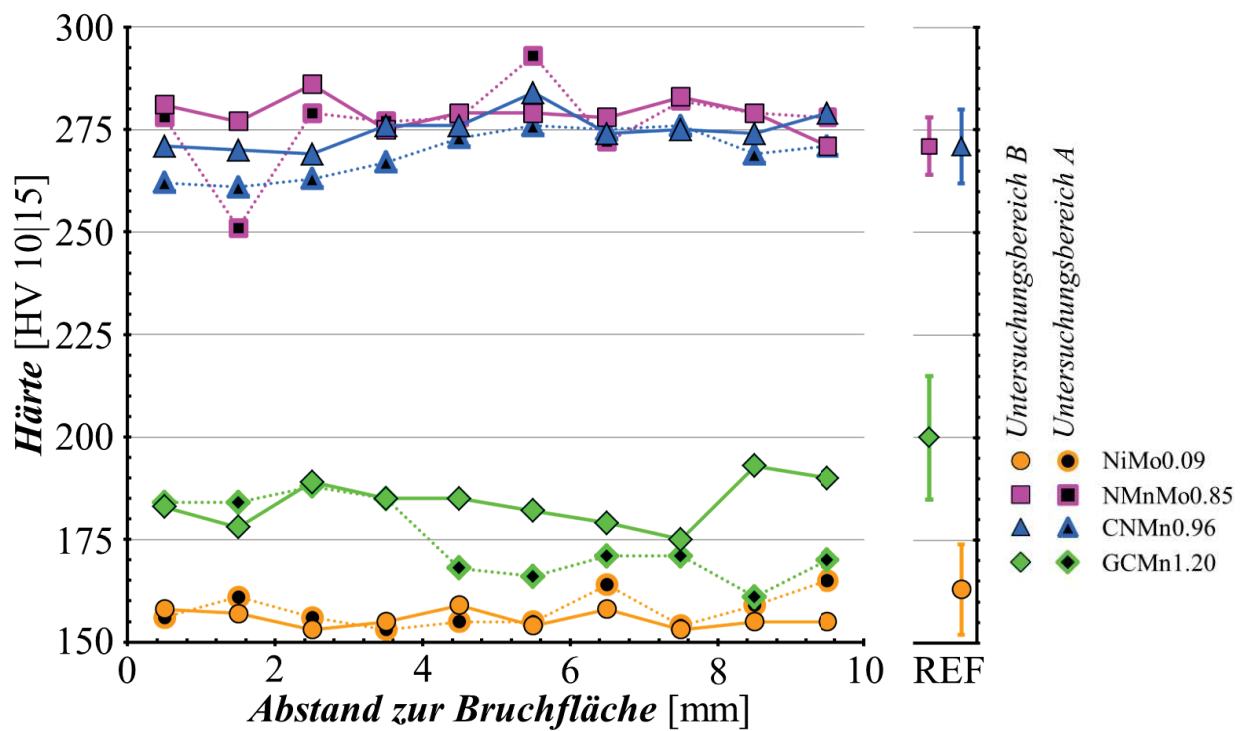


Abbildung 123: Härteprofile ausgehend von der Ermüdungsbruchfläche der CT-Proben in das Werkstoffinnere

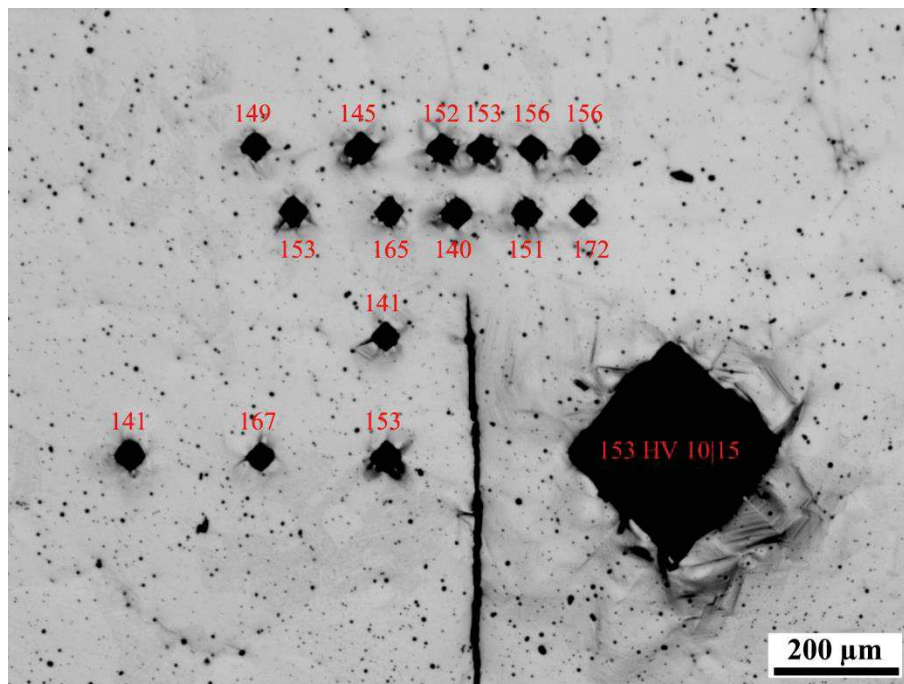
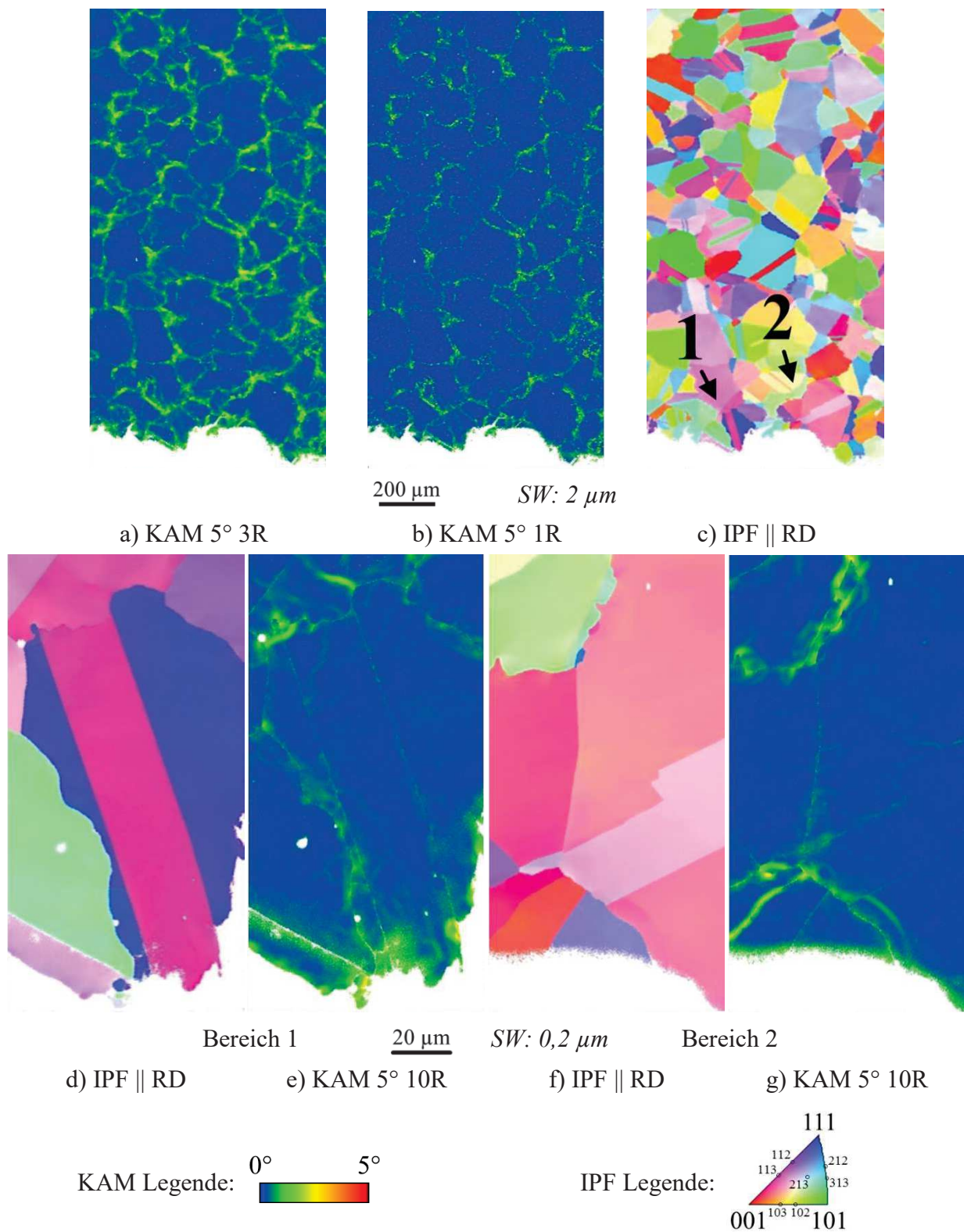
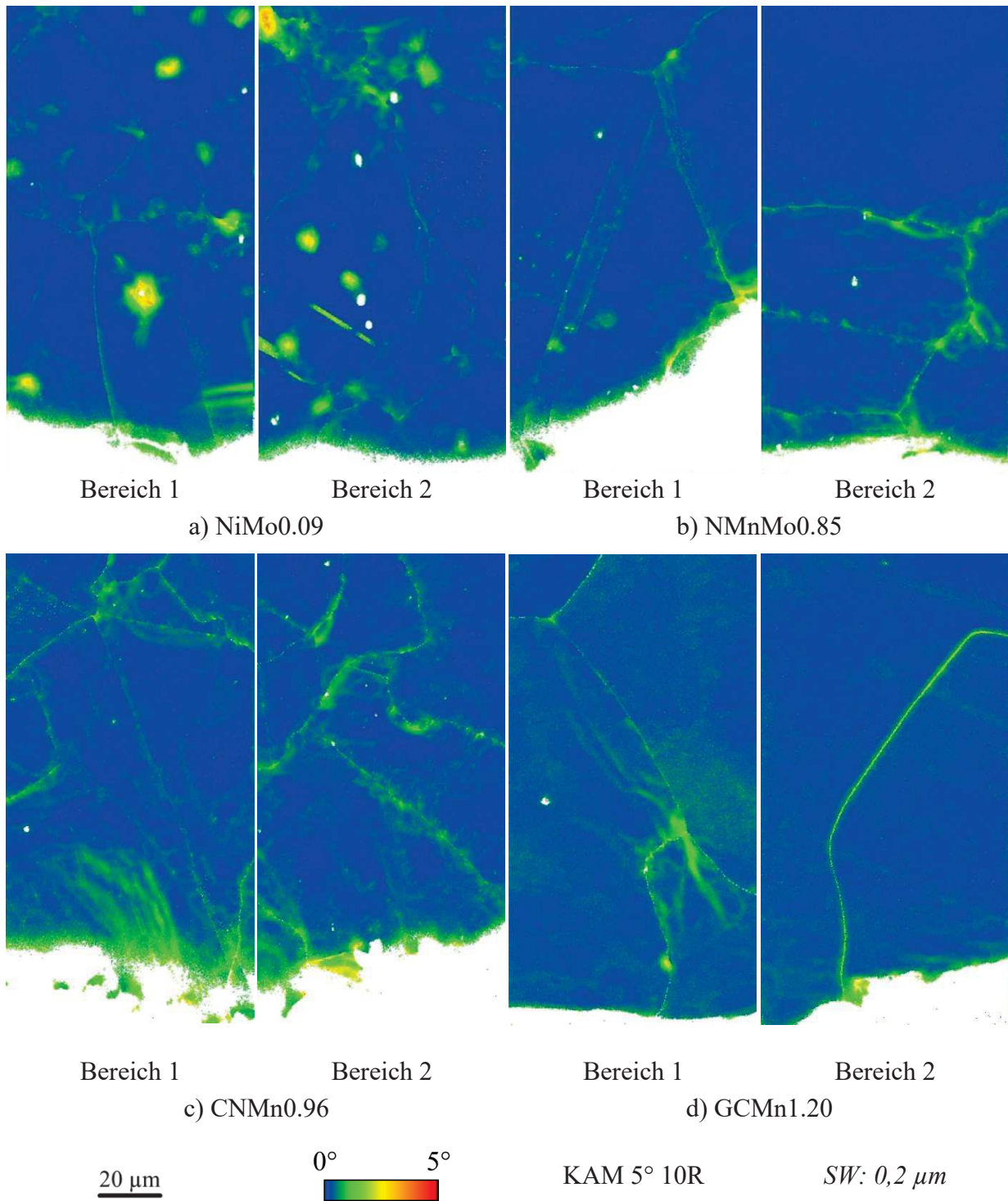


Abbildung 124: Mit HV 0.2 durchgeführte Härtemessungen im Bereich der Rissspitze einer NiMo0.09 CT-Probe im Untersuchungsbereich B ( $r''_{pl} \approx 0,45$  mm)

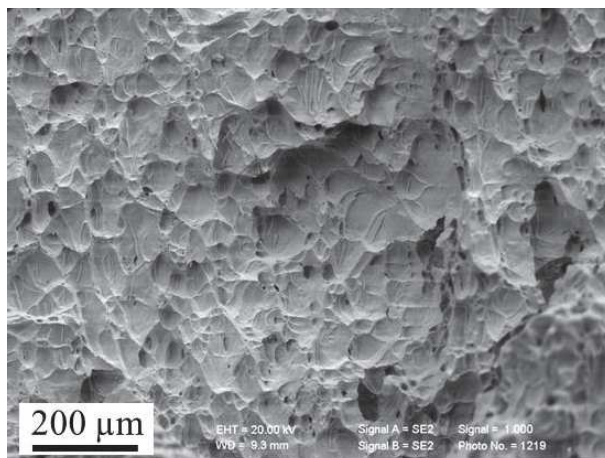


**Abbildung 125:** KAM – Mappings des NMnMo0.85 bei Untersuchungsbereich A ( $r''_{pl} \approx 0,20$  mm) bei verschiedenen Vergrößerungen a), b), c) Übersichtsmapping mit Schrittweite  $2\ \mu\text{m}$  analog zu Abbildung 118 und d), e), f), g) Detailmessungen mit Schrittweite  $0,2\ \mu\text{m}$  in den markierten Bereichen 1 und 2

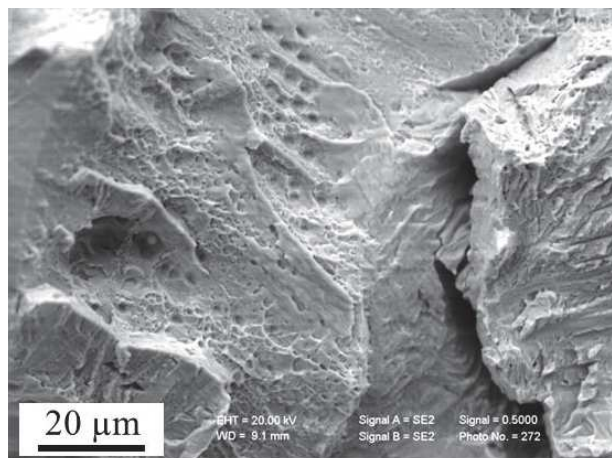


**Abbildung 126: KAM – Mappings von je 2 Detailbereichen der ausgewählten Werkstoffe im Untersuchungsbereich B ( $r''_{pl} \approx 0,45$  mm)**

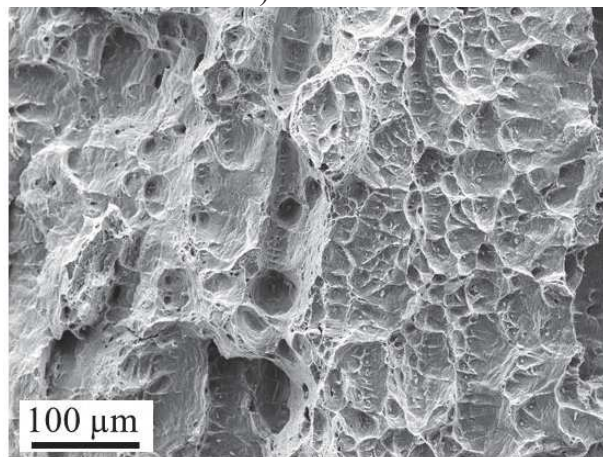




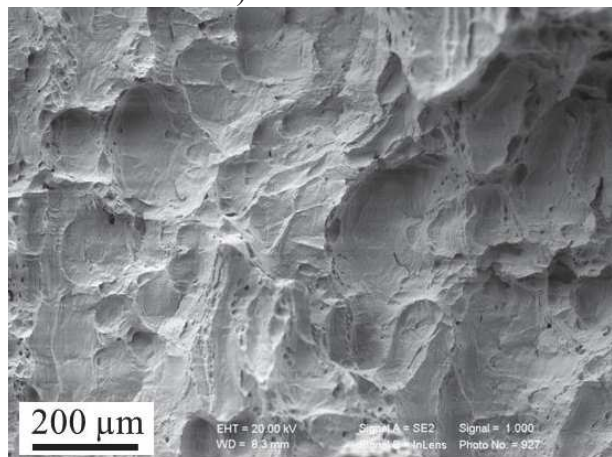
a) Ni0.07



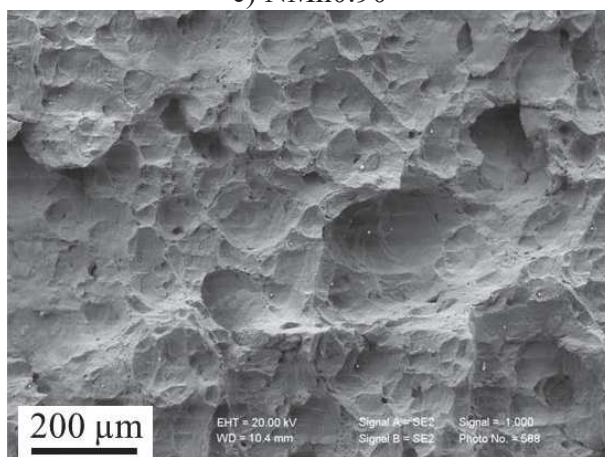
b) GCMn1.20



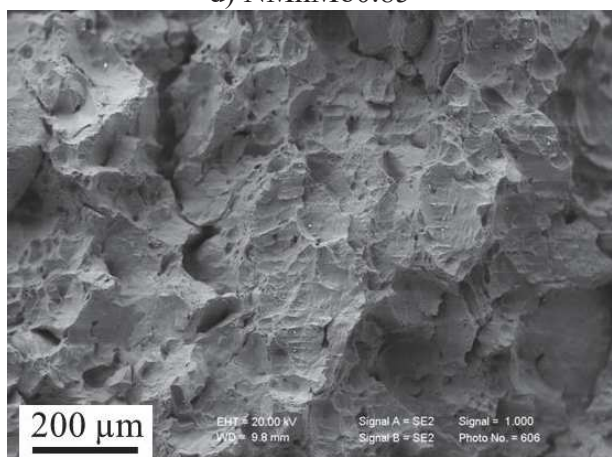
c) NMn0.90



d) NMnMo0.85



e) CNMn0.96



f) CNMn1.07

**Abbildung 127: Ausgewählte Gewaltbruchflächen der CT-Proben**



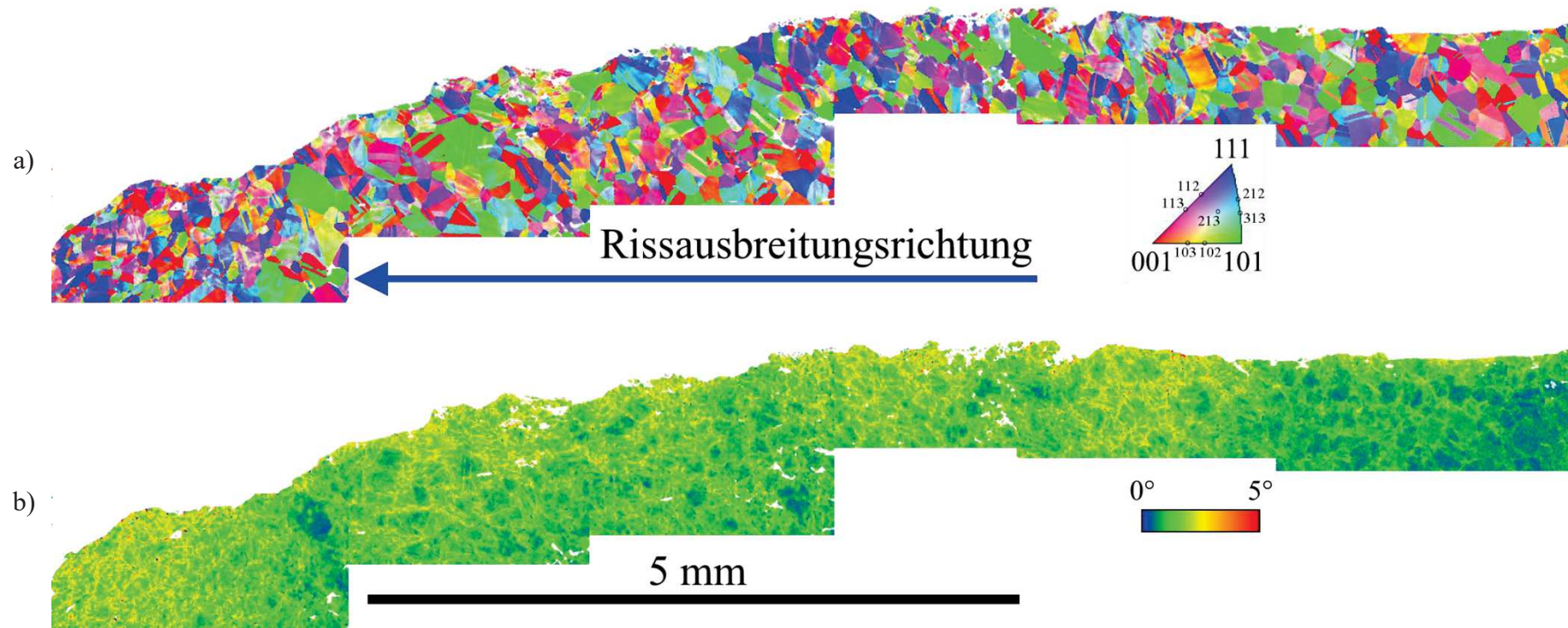


Abbildung 128: a) IPF || RD - und b) KAM 5° 5R – Mapping der Gewaltbruchfläche einer NMnMo0.85 CT-Probe

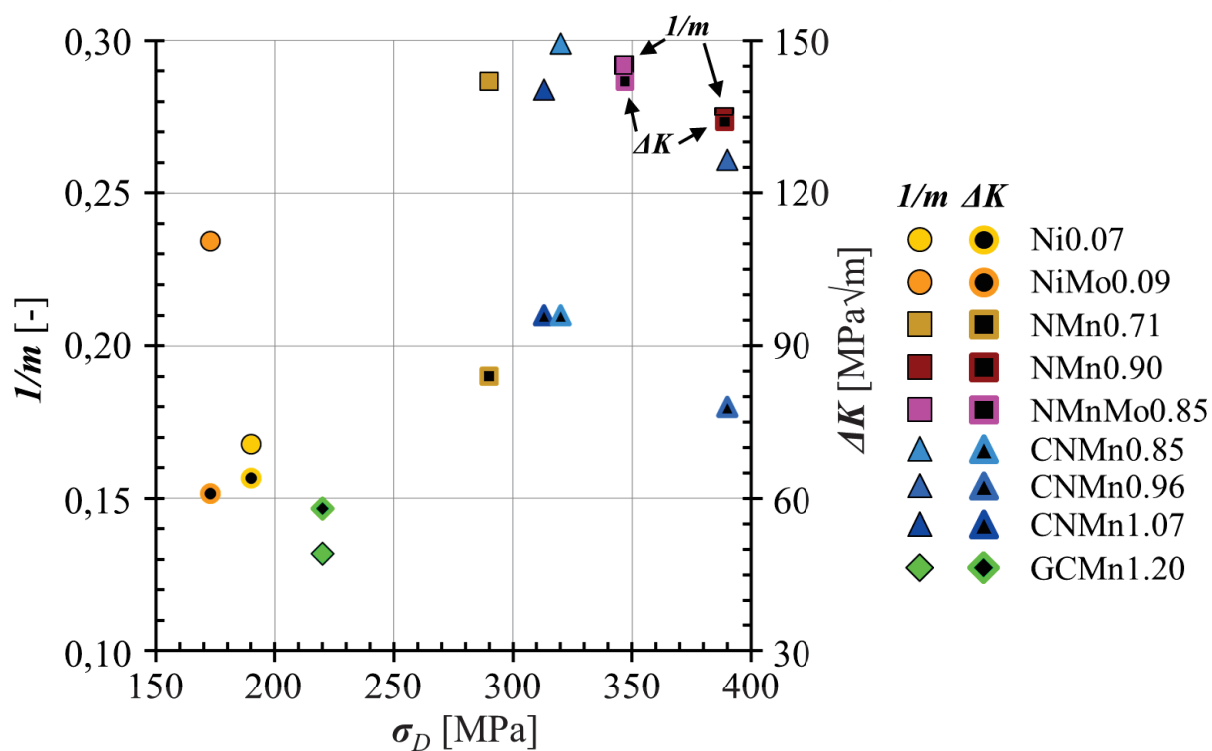


Abbildung 129: Vorläufige zyklische Bruchzähigkeit und reziproker *Paris-Erdogan*-Exponent über der Dauerfestigkeit der untersuchten Stähle

## 8 Literaturverzeichnis

- [1] C. Pasel, Herstellung von Gegenständen (Schußwaffen, Turbinenschaufeln usw.), die hohe Widerstandskraft gegen Korrosion erfordern, nebst thermischen Wärmebehandlungsverfahren, Reichspatent 304126, Berlin, 1912.
- [2] International Stainless Steel Forum, Stainless Steel in Figures 2016, [http://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image-files/PDF/ISSF\\_Stainless\\_Steel\\_in\\_Figures\\_2016\\_English\\_Public.pdf](http://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image-files/PDF/ISSF_Stainless_Steel_in_Figures_2016_English_Public.pdf), (25.02.2017).
- [3] Outokumpu Oyj, This is Outokumpu, <http://www.outokumpu.com/en/tools-and-downloads/corporate-investors/company-presentations/Pages/default.aspx>, (25.02.2017).
- [4] P. Schierhold, Edelstahl-Vereinigung e.V., V.D. Eisenhüttenleute, Nichtrostende Stähle: Eigenschaften, Verarbeitung, Anwendung, Normen, Verlag Stahleisen m.b.H., Düsseldorf, Germany, 1977, ISBN: 351400188X.
- [5] V.G. Gavriljuk, H. Berns, High Nitrogen Steels: Structure, Properties, Manufacture, Applications, Springer, Berlin, Germany, 1999, ISBN: 978-3540664116.
- [6] V.G. Gavriljuk, B.D. Shanina, H. Berns, A physical concept for alloying steels with carbon + nitrogen, Materials Science and Engineering A, 481-482 (2008) 707-712.
- [7] V.G. Gavriljuk, B.D. Shanina, H. Berns, Ab initio development of a high-strength corrosion-resistant austenitic steel, Acta Materialia, 56 (2008) 5071-5082.
- [8] L. Mujica Roncery, Development of High-Strength Corrosion-Resistant Austenitic TWIP Steels with C+N, In: PhD-Thesis, Bochum, Univ., Diss., Selbstverl. des Lehrstuhls Werkstofftechnik, Bochum, Germany, 2010.
- [9] S. Riedner, Höchstfeste nichtrostende austenitische CrMn-Stähle mit (C+N), In: PhD-Thesis, Bochum, Univ., Diss., SIG: 3.9209, Selbstverl. des Lehrstuhls Werkstofftechnik, Bochum, Germany, 2009.
- [10] H. Berns, V. Gavriljuk, S. Riedner, High Interstitial Stainless Austenitic Steels, Springer, Heidelberg, Germany, 2012, ISBN: 978-3-642-33701-7.
- [11] Verein Deutscher Eisenhüttenleute, Steel: A Handbook for Materials Research and Engineering. Volume 2: Applications, Springer-Verlag, Berlin, Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf, Germany, 1992, ISBN: 3-540-54075-X.
- [12] A. Schaffler, A weld metal constitution diagram for stainless steels, Met. Prog, 56 (1949) 680.
- [13] T. Angel, Formation of martensite in austenitic stainless steels - effects of deformation, temperature and composition Journal of the Iron and Steel Institute, 177 (1954) 165-174.
- [14] K. Nohara, Y. Ono, N. Ohashi, Composition and grain-size dependencies of strain-induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steels, Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, 63 (1977) 212-222.
- [15] K.J. Irvine, T. Gladman, F.B. Pickering, The Strength of Austenitic Stainless Steels, Journal of The Iron and Steel Institute, 207 (1969) 1017-1028.
- [16] J.B. Vogt, S. Degallaix, J. Foct, Low cycle fatigue life enhancement of 316 L stainless steel by nitrogen alloying, International Journal of Fatigue, 6 (1984) 211-215.
- [17] S. Degallaix, J. Dickson, J. Foct, Effect of Nitrogen on Fatigue and Creep-Fatigue Behaviour of Austenitic Stainless Steels, High Nitrogen Steels, HNS 88, (1988) 380-386.
- [18] D.W. Kim, W.G. Kim, W.S. Ryu, Role of dynamic strain aging on low cycle fatigue and crack propagation of type 316L(N) stainless steel, International Journal of Fatigue, 25 (2003) 1203-1207.
- [19] E. Houdremont, Handbuch der Sonderstahlkunde, Springer-Verlag, Berlin, Verlag Stahleisen mbH, Düsseldorf, Germany, 1956, ISBN: 978-3540020554.

- [20] n.a. Anon, Austenitic Manganese Steel, In: H.E. Boyer (Hrsg.): Selection of Materials for Service Environments, ASM International, Metal Park, Ohio, USA, ISBN: 0-87170-239-8, (1987) 138-144.
- [21] C. Kowanda, Solubility of Nitrogen in Transition Metals, In: M.O. Speidel (Hrsg.): HNS 2003 Conference proceedings, vdf Hochsch.-Verl. ETH Zürich, 2003, (2003) 75-90.
- [22] R.L. Klueh, P.J. Maziasz, E.H. Lee, Manganese as an austenite stabilizer in Fe-Cr-Mn-C steels, Materials Science and Engineering: A, 102 (1988) 115-124.
- [23] S. Lee, C.-Y. Lee, Y.-K. Lee, Schaeffler diagram for high Mn steels, Journal of Alloys and Compounds, 628 (2015) 46-49.
- [24] B.D. Shanina, V.G. Gavriljuk, H. Berns, F. Schmalt, Concept of a new high-strength austenitic stainless steel, Steel Research, 73 (2002) 105-113.
- [25] M.O. Speidel, Ultra high strength austenitic stainless steels, Stainless Steel World, Conference Proceedings, Den Haag, 2001, pp. 98-106.
- [26] E. Haibach, Betriebsfestigkeit - Verfahren und Daten zur Bauteilberechnung, 3 ed., Springer-Verlag, Berlin, Germany, 2006, ISBN: 978-3-540-29363-7.
- [27] J.D. Morrow, Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals, ASTM special technical publication, 378 (1965) 45-87.
- [28] O.H. Basquin, The exponential law of endurance tests, Proceedings of the annual meeting ASTM, 10 (1910) 625-630.
- [29] L.F.j. Coffin, A study of the effects of cyclic thermal stresses on a ductile metal, Transactions of the American Society of Mechanical Engineers, ASME, New York, NY, USA, 1954, pp. 931-950.
- [30] S.S. Manson, Behavior of materials under conditions of thermal stress, National Advisory Committee for Aeronautics. Lewis Flight Propulsion Lab., NACA-TN-2933 (1953).
- [31] W. Ramberg, W.R. Osgood, Description of stress-strain curves by three parameters, National Advisory Committee for Aeronautics, NACA-TN-902 (1943).
- [32] A. Niesłony, C. el Dsoki, H. Kaufmann, P. Krug, New method for evaluation of the Manson–Coffin–Basquin and Ramberg–Osgood equations with respect to compatibility, International Journal of Fatigue, 30 (2008) 1967-1977.
- [33] H. Mughrabi, Mikrostrukturelle Ursachen der Ermüdungsrisssbildung, In: D. Munz (Hrsg.): Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe, DGM-Informationsgesellschaft mbH, Oberursel, Germany (1985) 7-38.
- [34] P. Lukas, M. Klesnil, Fatigue damage and resultant dislocation structures, Corrosion Fatigue, National Association of Corrosion Engineers. Houston, (1972) 118-132.
- [35] N. Clement, D. Caillard, J. Martin, Heterogeneous deformation of concentrated Ni-Cr F.C.C. alloys: Macroscopic and microscopic behaviour, Acta Metallurgica, 32 (1984) 961-975.
- [36] V. Gerold, H.P. Karnthaler, On the origin of planar slip in f.c.c. alloys, Acta Metallurgica, 37 (1989) 2177-2183.
- [37] M. Gerland, J. Mendez, P. Violan, B. Ait Saadi, Evolution of dislocation structures and cyclic behaviour of a 316L-type austenitic stainless steel cycled in vacuo at room temperature, Materials Science and Engineering: A, 118 (1989) 83-95.
- [38] M.S. Pham, C. Solenthaler, K.G.F. Janssens, S.R. Holdsworth, Dislocation structure evolution and its effects on cyclic deformation response of AISI 316L stainless steel, Materials Science and Engineering: A, 528 (2011) 3261-3269.
- [39] H.-J. Christ, Wechselverformung von Metallen: zyklisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten und Mikrostruktur, Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1991, ISBN: 978-3-540-53962-9.
- [40] P. Göbbeler, Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten des kaltumgeformten austenitischen Implantatwerkstoffes X2CrNiMo18-15-3-1.4441, In: PhD-Thesis, Materials Science and Engineering, University of Essen, Essen, Germany s.a. Fortschr.-Ber. VDI Reihe

- 5: Grund-und Werkstoffe, Nr. 513, VDI Verlag, Düsseldorf, Germany, 1998; ISBN: 3-18-351305-6.
- [41] I. Tikhovskiy, Untersuchungen zum zyklischen Verformungsverhalten des hochstickstofflegierten austenitischen Stahles X13CrMnMoN18-14-3(1.4452), In: PhD-Thesis, Materials Science and Engineering, University of Duisburg-Essen, Duisburg, Germany, 2005 s.a. Fortschr.-Ber. VDI Reihe 5: Grund-und Werkstoffe/Kunststoffe, Nr. 717, VDI Verlag, Düsseldorf, Germany, 2005; ISBN: 3-18-371705-0.
- [42] K.-H. Schwalbe, Bruchmechanik metallischer Werkstoffe, Hanser, München, Germany, 1980, ISBN: 3-446-12983-9.
- [43] ASTM Designation E647 - 08, Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 2008.
- [44] ASTM Designation E399 - 06, Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness  $K_{Ic}$  of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 2006.
- [45] G.R. Irwin, Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate, Journal of Applied Mechanics, 24 (1957) 361-364.
- [46] J.R. Rice, Mechanics of crack tip deformation and extension by fatigue, in: J. Grosskreutz (Ed.) Fatigue Crack Propagation, ASTM STP 415, Symposium on Fatigue Crack Propagation, American Society for Testing & Materials, Philadelphia, PA, USA, 1967; ISBN: 978-0-8031-6633-2, pp. 247-311.
- [47] P. Paris, F. Erdogan, A critical analysis of crack propagation laws, Journal of Basic Engineering, 85 (1963) 528.
- [48] H.A. Richard, M. Sander, Ermüdungsrisse - Erkennen, sicher beurteilen, vermeiden, Vieweg+ Teubner Verlag, Wiesbaden, Germany, 2012, ISBN: 978-3-8348-1594-1.
- [49] G.T. Hahn, R.G. Hoagland, A.R. Rosenfield, Local yielding attending fatigue crack growth, Metallurgical Transactions, 3 (1972) 1189-1202.
- [50] C. Bathias, R.M. Pelloux, Fatigue crack propagation in martensitic and austenitic steels, Metallurgical Transactions, 4 (1973) 1265-1273.
- [51] X. Cheng, R. Petrov, L. Zhao, M. Janssen, Fatigue crack growth in TRIP steel under positive R-ratios, Engineering Fracture Mechanics, 75 (2008) 739-749.
- [52] DIN EN 10002-1:2001-12, Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of testing at ambient temperature; German version EN 10002-1:2001, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2001.
- [53] DIN EN ISO 12737:2005, Metallische Werkstoffe - Bestimmung der Bruchzähigkeit (ebener Dehnungszustand) (ISO 12737:2005); Deutsche Fassung EN ISO 12737:2005, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2005.
- [54] J.C. Newman, Stress analysis of the compact specimen including the effects of pin loading, in: G.R. Irwin (Ed.) Fracture Analysis, ASTM STP 560, Proceedings of the 1973 National Symposium on Fracture Mechanics, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 1974; ISBN 978-0-8031-0361-0, pp. 105-117.
- [55] J.E. Srawley, Wide range stress intensity factor expressions for ASTM E399 standard fracture toughness specimens., International Journal of Fracture, 12 (1976) 475-476.
- [56] ASTM Designation E112 - 13, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 2013.
- [57] OIM DataAnalysis (OIM Analysis 6.2.0) Manual, Ametek GmbH, EDAX Division, Kreuzberger Ring 6, D-65205 Wiesbaden, 2012.
- [58] K. Kunze, S.I. Wright, B.L. Adams, D.J. Dingley, Advances in Automatic EBSD Single Orientation Measurements, Textures and Microstructures, 20 (1993) 41-54.
- [59] S.I. Wright, M.M. Nowell, EBSD Image Quality Mapping, Microscopy and Microanalysis, 12 (2006) 72-84.



- [60] DIN EN ISO 6507-1:2006-03, Metallic materials - Vickers hardness test - Part 1: Test method (ISO 6507-1:2005); German version EN ISO 6507-1:2005, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2006.
- [61] DIN EN ISO 6507-4:2006-03, Metallic materials - Vickers hardness test - Part 4: Tables of hardness values (ISO 6507-4:2005); German version EN ISO 6507-4:2005, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2006.
- [62] J. Thomas, T. Gemming, Analytische Transmissionselektronenmikroskopie, Springer-Verlag, Heidelberg, Germany, 2013, ISBN: 978-3-7091-1439-1.
- [63] E. Hornbogen, B. Skrotzki, Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe, 3 ed., Springer-Verlag Berlin, Germany, 2009, ISBN: 978-3-540-89945-7.
- [64] B. Flutz, J. Howe, Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials, Springer-Verlag Berlin, Germany, 2013, ISBN: 978-3-642-29760-1.
- [65] W. Dudzinski, DIFFR - Software for Calculation and interpretation of Diffraction Pattern, Technucal University of Wrocław, Poland.
- [66] R. Büscher, G. Täger, W. Dudzinski, B. Gleising, M.A. Wimmer, A. Fischer, Subsurface microstructure of metal-on-metal hip joints and its relationship to wear particle generation, Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials, 72B (2005) 206-214.
- [67] A. Soussan, S. Degallaix, T. Magnin, Work-hardening behaviour of nitrogen-alloyed austenitic stainless steels, Materials Science and Engineering: A, 142 (1991) 169-176.
- [68] D.C. Ludwigson, Modified stress-strain relation for FCC metals and alloys, Metallurgical Transactions, 2 (1971) 2825-2828.
- [69] P. Ludwik, Elemente der Technologischen Mechanik, Springer, Berlin, Germany, 1909, ISBN: 978-3-662-39265-2.
- [70] M.R. Mitchell, Fundamentals of modern fatigue analysis for design, In: Fatigue and microstructure: papers presented at the 1978 ASM Materials Science Seminar, 14-15, October, The Society, St. Louis, MO, USA, 1979; ISBN: 9780871700759.
- [71] F. Hahnenberger, M. Smaga, D. Eifler, Influence of  $\gamma$ - $\alpha'$ -Phase Transformation in Metastable Austenitic Steels on the Mechanical Behavior During Tensile and Fatigue Loading at Ambient and Lower Temperatures, Advanced Engineering Materials, 14 (2012) 853-858.
- [72] P.L. Mangonon, G. Thomas, The martensite phases in 304 stainless steel, Metallurgical Transactions, 1 (1970) 1577-1586.
- [73] V. Mertinger, E. Nagy, F. Tranta, J. Sólyom, Strain-induced martensitic transformation in textured austenitic stainless steels, Materials Science and Engineering: A, 481-482 (2008) 718-722.
- [74] F. Peng, X.-h. Dong, K. Liu, H.-y. Xie, Effects of Strain Rate and Plastic Work on Martensitic Transformation Kinetics of Austenitic Stainless Steel 304, Journal of Iron and Steel Research, International, 22 (2015) 931-936.
- [75] S.K. Varma, J. Kalyanam, L.E. Murr, V. Srinivas, Effect of grain size on deformation-induced martensite formation in 304 and 316 stainless steels during room temperature tensile testing, Journal of Materials Science Letters, 13 (1994) 107-111.
- [76] M. Smaga, F. Walther, D. Eifler, Deformation-induced martensitic transformation in metastable austenitic steels, Materials Science and Engineering: A, 483-484 (2008) 394-397.
- [77] C. Long, W. DeLong, Ferrite content of austenitic stainless steel weld metal, Welding journal, 52 (1973) 281.
- [78] F. Hahnenberger, M. Smaga, D. Eifler, Microstructural investigation of the fatigue behavior and phase transformation in metastable austenitic steels at ambient and lower temperatures, International Journal of Fatigue, 69 (2014) 36-48.
- [79] G.H. Eichelmann, F.C. Hull, The effect of composition on the temperature of spontaneous transformation of austenite to martensite in 18-8-type stainless steel, Transactions of the American Society for Metals, 45 (1953) 77-104.

- [80] F.C. Monkman, F.B.j. Cuff, N.J. Grant, Computation of Ms for stainless steel, *Metal Progress*, 71 (1957) 94-96.
- [81] L.E. Murr, K.P. Staudhammer, S.S. Hecker, Effects of Strain State and Strain Rate on Deformation-Induced Transformation in 304 Stainless Steel: Part II. Microstructural Study, *Metallurgical Transactions A*, 13 (1982) 627-635.
- [82] F. Lecroisey, A. Pineau, Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system, *Metallurgical Transactions*, 3 (1972) 391-400.
- [83] A. Weiß, X. Fang, H.-J. Eckstein, C. Eckstein, W. Dahl, Effect of cryoforming of austenitic Cr Ni-steels at 77 K on martensitic transformation and work-hardening characteristics, *Steel Research*, 66 (1995) 495-500.
- [84] E.S. Perdahcioğlu, H.J.M. Geijselaers, M. Groen, Influence of plastic strain on deformation-induced martensitic transformations, *Scripta Materialia*, 58 (2008) 947-950.
- [85] N. Solomon, I. Solomon, Deformation induced martensite in AISI 316 stainless steel, *Revista De Metalurgia*, 46 (2010) 121-128.
- [86] J. Manjanna, S. Kobayashi, Y. Kamada, H. Kikuchi, Martensitic transformation in SUS 316LN austenitic stainless steel at RT, *Journal of Materials Science*, 43 (2008) 2659-2665.
- [87] S. Weiß, Einfluss der Wenigkristallinität auf das Verformungsverhalten von Werkstoffen und Bauteilen der Medizintechnik, In: *Habilitation Treatise, Materials Science and Engineering*, University of Essen, Essen, Germany s.a. *Fortschr.-Ber. VDI Reihe 5: Grund- und Werkstoffe/Kunststoffe*, Nr. 734, VDI Verlag, Düsseldorf, Germany, 2008; ISBN: 978-3-18-373405-4.
- [88] P.V. Muterlle, M. Zendron, M. Perina, A. Molinari, Influence of delta ferrite on mechanical properties of stainless steel produced by MIM, *Proceedings of COBEM 2009, 20th International Congress of Mechanical Engineering*, Gramado, RS, Brazil, 15th - 20th, November, 2009.
- [89] L. Qian, X. Feng, F. Zhang, Deformed Microstructure and Hardness of Hadfield High Manganese Steel, *Materials Transactions*, 52 (2011) 1623-1628.
- [90] E. Bayraktar, C. Levallant, S. Altintas, Strain rate and temperature effect on the deformation behaviour of the original Hadfield steel, *Journal de Physique. IV, Proceedings*, 3 (1993) 61-66.
- [91] D. Canadinc, C. Efstathiou, H. Sehitoglu, On the negative strain rate sensitivity of Hadfield steel, *Scripta Materialia*, 59 (2008) 1103-1106.
- [92] J.E. Jin, Y.K. Lee, Effects of Al on microstructure and tensile properties of C-bearing high Mn TWIP steel, *Acta Materialia*, 60 (2012) 1680-1688.
- [93] K. Renard, S. Ryelandt, P.J. Jacques, Characterisation of the Portevin-Le Châtelier effect affecting an austenitic TWIP steel based on digital image correlation, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2010) 2969-2977.
- [94] Y.N. Dastur, W.C. Leslie, Mechanism of work hardening in Hadfield manganese steel, *Metallurgical Transactions A*, 12 (1981) 749-759.
- [95] P.H. Adler, G.B. Olson, W.S. Owen, Strain Hardening of Hadfield Manganese Steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 17 (1986) 1725-1737.
- [96] W.S. Owen, M. Grujicic, Strain aging of austenitic Hadfield manganese steel, *Acta Materialia*, 47 (1998) 111-126.
- [97] A. Saeed-Akbari, J. Imlau, U. Prah, W. Bleck, Derivation and Variation in Composition-Dependent Stacking Fault Energy Maps Based on Subregular Solution Model in High-Manganese Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40 (2009) 3076-3090.
- [98] T.N. Kim, A.J. Bourdillon, Influence of carbon on development of deformation microstructures in Hadfield steels, *Materials Science and Technology*, 8 (1992) 1011-1022.
- [99] E.G. Astafurova, M.S. Tukeeva, G.G. Zakharova, E.V. Melnikov, H.J. Maier, The role of twinning on microstructure and mechanical response of severely deformed single crystals of high-manganese austenitic steel, *Materials Characterization*, 62 (2011) 588-592.

- [100] F. Gauzzi, G. Principi, B. Verdini, P. Zhang, Microstructural Features of Hadfield Steel Work-Hardening, *Zeitschrift für Metallkunde*, 81 (1990) 293-297.
- [101] V.G. Gavriljuk, G. Stein, H. Berns, Structural Stability of Austenitic CrMn(Mo)N Steels for High-Strength, Corrosion- Resistant Retaining Rings, *Steel Research International*, 74 (2003) 444-452.
- [102] J. Koutský, Z. Nový, Simulation of cold deformation influence on the final structure of austenitic steel, *Journal of Materials Processing Technology*, 109 (2001) 120-125.
- [103] V. Blyznyuk, N. Glavatska, O. Söderberg, V. Gavriljuk, V. Lindroos, Damping and mechanical properties of nitrogen-containing Fe-Mn alloys, *Journal de Physique IV (Proceedings)*, EDP sciences, 2003, pp. 359-363.
- [104] R. Taillard, F. Vanderschaeve, J. Foct, Mechanical Behaviour of Aged and not Prestrained High Nitrogen Austenitic Stainless Steels, *Materials Science Forum*, 318-320 (1999) 413-420.
- [105] S. Weiß, B. Gleising, W. Dudzinski, Mikrostruktur und Mikrostruktur Charakterisierung nach der Verformung des hochstickstoffhaltigen Edelstahl X13CrMnMoN18-14-3 (1.4452), *Metallographie Tagung 2004*, Bochum, NRW, Germany, 29th Sept. - 1st Oct., 2004.
- [106] S. Weiß, W. Dudzinski, I. Tikhovskiy, TEM Observation of Deformation Structures in High Nitrogen Steel, *Proceedings of the 7th International Conference on High Nitrogen Steels*, Ostend, Belgium, GRIPS-Media GmbH, Bad Harzburg, 2004, pp. 225-228.
- [107] H. Berns, V. Gavriljuk, B. Shanina, Intensive interstitial strengthening of stainless steels, *Advanced Engineering Materials*, 10 (2008) 1083-1093.
- [108] V.G. Gavriljuk, A.I. Tyshchenko, V.V. Bliznuk, I.L. Yakovleva, S. Riedner, H. Berns, Cold work hardening of high-strength austenitic steels, *Steel Research International*, 79 (2008) 413-422.
- [109] D. Barbier, N. Gey, S. Allain, N. Bozzolo, M. Humbert, Analysis of the tensile behavior of a TWIP steel based on the texture and microstructure evolutions, *Materials Science and Engineering: A*, 500 (2009) 196-206.
- [110] G. Dini, A. Najafizadeh, R. Ueji, S.M. Monir-Vaghefi, Tensile deformation behavior of high manganese austenitic steel: The role of grain size, *Materials & Design*, 31 (2010) 3395-3402.
- [111] I. Gutierrez-Urrutia, D. Raabe, Grain size effect on strain hardening in twinning-induced plasticity steels, *Scripta Materialia*, 66 (2012) 992-996.
- [112] I. Gutierrez-Urrutia, S. Zaeferrer, D. Raabe, The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe-22 wt.% Mn-0.6 wt.% C TWIP steel, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2010) 3552-3560.
- [113] J.-E. Jin, Y.-K. Lee, Strain hardening behavior of a Fe-18Mn-0.6C-1.5Al TWIP steel, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2009) 157-161.
- [114] B.D. Shanina, A.I. Tyshchenko, I.N. Glavatsky, V.V. Runov, Y.N. Petrov, H. Berns, V.G. Gavriljuk, Chemical nano-scale homogeneity of austenitic CrMnCN steels in relation to electronic and magnetic properties, *Journal of Materials Science*, 46 (2011) 7725-7736.
- [115] B.D. Shanina, V.G. Gavriljuk, Energy of interatomic bonds in austenitic steels, *Materials Science Forum*, 2010, pp. 3015-3020.
- [116] S. Kang, J.-G. Jung, M. Kang, W. Woo, Y.-K. Lee, The effects of grain size on yielding, strain hardening, and mechanical twinning in Fe-18Mn-0.6C-1.5Al twinning-induced plasticity steel, *Materials Science and Engineering: A*, 652 (2016) 212-220.
- [117] H. Berns, V.G. Gavriljuk, N. Nabiran, Y.N. Petrov, S. Riedner, L.N. Trophimova, Fatigue and structural changes of high interstitial stainless austenitic steels, *Steel Research International*, 81 (2010) 299-307.
- [118] U. Lindstedt, B. Karlsson, M. Nyström, SMALL FATIGUE CRACKS IN AN AUSTENITIC STAINLESS STEEL, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 21 (1998) 85-98.

- [119] G. Lange, M. Pohl, Systematische Beurteilung technischer Schadensfälle, 6 ed., Wiley-VCH Verlag GmbH & Co KGaA, Weinheim, Germany, 2014, ISBN: 978-3-527-32530-6.
- [120] M. Bayerlein, H.J. Christ, H. Mughrabi, Plasticity-induced martensitic transformation during cyclic deformation of AISI 304L stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*, 114 (1989) L11-L16.
- [121] U. Krupp, H.J. Christ, P. Lezuo, H.J. Maier, R.G. Teteruk, Influence of carbon concentration on martensitic transformation in metastable austenitic steels under cyclic loading conditions, *Materials Science and Engineering: A*, 319–321 (2001) 527-530.
- [122] D. Ye, Y. Xu, L. Xiao, H. Cha, Effects of low-cycle fatigue on static mechanical properties, microstructures and fracture behavior of 304 stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2010) 4092-4102.
- [123] M. Gerland, B. Ait Saadi, P. Violan, Corduroy contrast in type 316L stainless steel after cyclic plastic deformation, *Materials Science and Engineering*, 96 (1987) L1-L4.
- [124] D. Rittel, I. Roman, Cyclic properties of coarse-grained cast austenitic manganese steels, *International Journal of Fatigue*, 11 (1989) 177-182.
- [125] E. Danezis, Y. Chrysoulakis, G. Chappuis, Study of fatigue crack propagation and behaviour analysis in low-cycle fatigue of Z120M12 Hadfield steel, *Metallurgia italiana: rivista dei metalli e delle loro applicazioni*, 90 (1998) 51-55.
- [126] J. Kang, F.C. Zhang, X.Y. Long, B. Lv, Cyclic deformation and fatigue behaviors of Hadfield manganese steel, *Materials Science and Engineering: A*, 591 (2014) 59-68.
- [127] I. Tikhovskiy, S. Weiß, A. Fischer, Cyclic deformation behaviour of austenitic CrMnMoN steel in solution annealed and cold worked states, *Proceedings of the HNS-Conference 2004 in Ostende, Belgium*, GRIPS-Media GmbH, Bad Harzburg, 2004, pp. 259-263.
- [128] C.W. Shao, F. Shi, X.W. Li, Cyclic Deformation Behavior of Fe-18Cr-18Mn-0.63N Nickel-Free High-Nitrogen Austenitic Stainless Steel, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46 (2015) 1610-1620.
- [129] J. Kang, F.C. Zhang, X.Y. Long, Z.N. Yang, Synergistic enhancing effect of N+C alloying on cyclic deformation behaviors in austenitic steel, *Materials Science and Engineering: A*, 610 (2014) 427-435.
- [130] I. Karaman, H. Sehitoglu, K. Gall, Y.I. Chumlyakov, H.J. Maier, Deformation of single crystal Hadfield steel by twinning and slip, *Acta Materialia*, 48 (2000) 1345-1359.
- [131] J. Chumlyakov, J.B. Vogt, E. Tchepel, J. Foct, I. Kireeva, Low cycle fatigue of high nitrogen austenitic stainless steel single crystals, *Materials Science Forum*, Trans Tech Publ, 1999, pp. 449-454.
- [132] K. Wolf, H.-J. Gudladt, H. Calderon, G. Kostorz, Transition between planar and wavy slip in cyclically deformed short-range ordered alloys, *Acta Metallurgica et Materialia*, 42 (1994) 3759-3765.
- [133] V.G. Gavriljuk, B.D. Shanina, H. Berns, On the correlation between electron structure and short range atomic order in iron-based alloys, *Acta Materialia*, 48 (2000) 3879-3893.
- [134] B. Butler, J. Cohen, P. Zschack, An investigation of Fe-Ni order in a steel, *Metallurgical Transactions A*, 22 (1991) 2807-2809.
- [135] V.G. Gavriljuk, A.L. Sozinov, A.G. Balanyuk, S.V. Grigoriev, O.A. Gubin, G.P. Kopitsa, A.I. Okorokov, V.V. Runov, Effect of carbon and nitrogen on chemical homogeneity of fcc iron-based alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 28 (1997) 2195-2199.
- [136] V.G. Gavriljuk, A.I. Tyshchenko, J. Rawers, H. Berns, Thermodynamic stability, structure and properties of Fe-based C+N austenite and martensite, *Journal De Physique. IV: JP*, 2003, pp. 259-262.
- [137] V. Gavriljuk, Y. Petrov, B. Shanina, Effect of nitrogen on the electron structure and stacking fault energy in austenitic steels, *Scripta Materialia*, 55 (2006) 537-540.



- [138] M. Murayama, K. Hono, H. Hirukawa, T. Ohmura, S. Matsuoka, The combined effect of molybdenum and nitrogen on the fatigued microstructure of 316 type austenitic stainless steel, *Scripta Materialia*, 41 (1999) 467-473.
- [139] S. Matsuoka, S. Nishijima, C. Masuda, S. Ohtsubo, Near-threshold fatigue crack growth behaviors in air at room temperature for various stainless steels, *International Conference on Fracture, ICF6*, 1984, New Delhi, India, 1984, pp. 1561-1570.
- [140] E.K. Priddle, The influence of grain size on threshold stress intensity for fatigue crack growth in AISI 316 stainless steel, *Scripta Metallurgica*, 12 (1978) 49-56.
- [141] T. Niendorf, F. Rubitschek, H.J. Maier, J. Niendorf, H.A. Richard, A. Frehn, Fatigue crack growth—Microstructure relationships in a high-manganese austenitic TWIP steel, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (2010) 2412-2417.
- [142] W.J. Mills, L.A. James, Fatigue crack propagation behaviour of type 316 stainless steel at elevated temperature in a vacuum, *International Journal of Fatigue*, 10 (1988) 33-36.
- [143] D. Rittel, I. Roman, Effect of yield strength and phosphorous content on the high cycle fatigue properties of cast austenitic manganese steels, in: V.S. Goel (Ed.) *Fatigue life: analysis and prediction: proceedings of the fatigue program and related papers presented at the International Conference and Exposition on Fatigue, Corrosion Cracking, Fracture Mechanics and Failure Analysis*, 2-6 December, 1985, Salt Lake City, Utah, USA, American Society for Metals, Metals Park, Oh, USA, 1986, pp. 109-116.
- [144] T. Kamenova, G. Zlateva, K. Kamenov, Effect of Peak Overloads on the Fatigue Crack Morphology in High Nitrogen Austenitic Steel, *Journal of Materials Science and Technology Sofia*, 14 (2006) 184-194.
- [145] VDI-Gesellschaft Werkstofftechnik, VDI-Richtlinie, VDI 3822 Blatt 2, Schäden durch mechanische Beanspruchungen, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2006.
- [146] W.B. Pearson, *A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys*, Pergamon Press, Oxford, UK, 1964, ISBN: 978-1-4832-1318-7.
- [147] U. Sari, T. Kirindi, Effect of Mn content on the austenite–martensite phases and magnetic properties in Fe–Mn–Co alloys, *Materials Chemistry and Physics*, 130 (2011) 738-742.
- [148] X. Lu, Z. Qin, Y. Zhang, X. Wang, F. Li, B. Ding, Z. Hu, Study of the paramagnetic-antiferromagnetic transition and the  $\gamma \rightarrow \epsilon$  martensitic transformation in Fe-Mn alloys, *Journal of Materials Science*, 35 (2000) 5597-5603.
- [149] L. Mujica, S. Weber, W. Theisen, The stacking fault energy and its dependence on the interstitial content in various austenitic steels, *Materials Science Forum*, 706-709 (2012) 2193-2198.
- [150] R.E. Schramm, R.P. Reed, Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels, *Metallurgical Transactions A*, 6 (1975) 1345-1351.
- [151] Informationsstelle Edelstahl Rostfrei, Werkstoff-Stammbäume, <http://www.edelstahl-rostfrei.de/page.asp?pageID=25>, (25.02.2017).